Buku Teks
Bahan Ajar Siswa

Paket Keahlian: Kimia Analis

Kimia Analitik Terapan

Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan
Republik Indonesia

KATA PENGANTAR

Kurikulum 2013 dirancang untuk memperkuat kompetensi siswa dari sisi sikap, pengetahuan dan keterampilan secara utuh. Keutuhan tersebut menjadi dasar dalam perumusan kompetensi dasar tiap mata pelajaran mencakup kompetensi dasar kelompok sikap, kompetensi dasar kelompok pengetahuan, dan kompetensi dasar kelompok keterampilan. Semua mata pelajaran dirancang mengikuti rumusan tersebut.

Pembelajaran kelas X dan XI jenjang Pendidikan Menengah Kejuruhan yang disajikan dalam buku ini juga tunduk pada ketentuan tersebut. Buku siswa ini diberisi materi pembelajaran yang membekali peserta didik dengan pengetahuan, keterapilan dalam menyajikan pengetahuan yang dikuasai secara kongkrit dan abstrak, dan sikap sebagai makhluk yang mensyukuri anugerah alam semesta yang dikaruniakan kepadanya melalui pemanfaatan yang bertanggung jawab.

Buku ini menjabarkan usaha minimal yang harus dilakukan siswa untuk mencapai kompetensi yang diharuskan. Sesuai dengan pendekatan yang digunakan dalam kurikulum 2013, siswa diberanikan untuk mencari dari sumber belajar lain yang tersedia dan terbentang luas di sekitarnya. Peran guru sangat penting untuk meningkatkan dan menyesuaikan daya serp siswa dengan ketersediaan kegiatan buku ini. Guru dapat memperkayanya dengan kreasi dalam bentuk kegiatan-kegiatan lain yang sesuai dan relevan yang bersumber dari lingkungan sosial dan alam.

Buku ini sangat terbuka dan terus dilakukan perbaikan dan penyempurnaan. Untuk itu, kami mengundang para pembaca memberikan kritik, saran, dan masukan untuk perbaikan dan penyempurnaan. Atas kontribusi tersebut, kami ucapkan terima kasih. Mudah-mudahan kita dapat memberikan yang terbaik bagi kemajuan dunia pendidikan dalam rangka mempersiapkan generasi seratus tahun Indonesia Merdeka (2045)

DAFTAR ISI

DAFTAR GAMBAR

DAFTAR TABEL

PETA KEDUDUKAN BUKU TEKS BAHAN AJAR
PAKET KEAHLIAN KIMIA ANALISIS

GLOSARIUM

Abu	material padat yang tersisa setelah pembakaran oleh api
Aceptable quality level	Tingkat penerimaan mutu, yaitu besarnya toleransi yang masih dapat diterima sebagai suatu yang belum berpengaruh secara nyata pada suatu kegiatan, baik berkaiatan dengan sumberdaya, proses dan hasilnya.
Air kristal	Air yg teradsorbsi di dalam zat padat /crystal membentuk satu kesatuan ktristal
Akurasi	Ketepatan yaitu sesuai dengan nilai yang sebenarnya
Alkalinitas	penyangga(*buffer*) perubahan pH air
Anggota populasi	Individu atau beberapa individu atau sebagian dari individu yang menyusun suatu populasi dan dapat dijadikan sebagai satu satuan contoh.
Aseptis,	kondisi yang bebas dari kontaminasi mikroorganisme
Atom	Partikel terkecil dari suatu unsur yang masih mempunyai sifat kimia unsur itu
Bentuk terkemas	Padatan atau cairan yang terkemas dalam kemasan kecil. (SNI 19-0248-1998)
Contoh gabungan *(composite sample)*	kumpulan dari contoh-contoh primer
Contoh laboratorium *(laboratory sample)*	contoh yang dibawa ke laboratorium untuk keperluan pengujian.
Contoh primer	Contoh yang diambil dari populasi (tanding)
Contoh sekunder *(seconadry sample)*	Contoh yang diambil dari contoh campuran

Contoh Uji *(test sample)*	contoh yang digunakan untuk keperluan suatu jenis pengujian di laboratorium.
Contoh*/sampel*	Sejumlah tertentu barang atau bahan yang berasal dari suatu populasi yang diambil dengan menggunakan metode tertentu dan digunakan sebagai wakil dari populasi tersebut.
Dekomposisi	salah satu perubahan secara kimia yang membuat objek dapat mengalami perusakan susunan/struktur yang dilakukan oleh dekomposer
Desikasi	Proses pengeluaran air dari suatu bahan yang akan dikeringkan menggunakan bahan higroskopis yang akan ditempatkan dalam suatu ruang tertutup (desikator)
Desikator	Tempat menyimpan sampel yang harus bebas air
Destilasi	Pemisahan campuran berdasarkan perbedaan titik didih zat -zat penyusunnya
Gravimetri	Metode analisis yang didasarkan pada pengukuran berat, yang melibatkan pembentukan, isolasi, dan pengukuran berat dari suatu endapan
Hidrofilik	zat yang dapat dilarutkan dalam air
Hidrofobik	Bersifat tidak menyukai air. ; bersifat tidak menyukai pelarut air
Imbibisi (imbibitions)	Penyerapan air kedalam rongga-rongga atau se-sel jaringan melalui pori-pori.
Makromineral	mineral yang dibutuhkan oleh tubuh kita di atas 100 miligram per harinya
Mikromineral	mineral yang perlukan kurang dari 100 mg sehari
Mineral	Zat atau campuran zat yang ditemukan di bumi

	yang terbentuk secara alami dan diperoleh manusia dari bawah tanah/daratan/lautan, contohnya magnesium (Mg), besi (Fe), dankalsium karbonat ($CaCO_3$)
Molekul	sekelompok atom (paling sedikit dua) yang saling berikatan dengan sangat kuat (kovalen) dalam susunan tertentu dan bermuatan netral serta cukup stabil
Oksidasi	*pelepasan* elektron oleh sebuah molekul, atom, atau ion
Oksigen	Gas yang dibutuhkan hewan saat bernapas
Populasi	Sekelompok barang atau bahan baik dalam terkemas atau curah, padat, cairan atau semi padat yang merupakan jumlah keseluruhan bahan. Bentuk-bentuk populasi barang atau bahan misalnya segudang beras, setangki minyak goreng, setumpuk gabah, dan satu truk sayuran kol.
Random sampel (sampel acak)	Penentuan sampel-sampel secara acak dengan tidak melakukan pemilihan terhadap sampel yang akan diuji (diteliti).
Reagen	bahan kimia dasar yang akan digunakan dalam sebuah reaksi kimia
Residu	Sisa hasil saringan, zat yang tertinggal di kertas saring (penyaring)

I. PENDAHULUAN

A. Deskripsi

Kimia analitik terapan mencakup kimia analisis kualitatif dan kimia analisis kuantitatif. Analisis kualitatif menyatakan keberadaan suatu unsur atau senyawa dalam sampel, sedangkan analisis kuantitatif menyatakan jumlah suatu unsur atau senyawa dalam sampel. Kimia analitik terapan adalah mata pelajaran paket kejuruan kimia analis yang merupakan kumpulan bahan kajian dan pembelajaran tentang prinsip praktik sampling (pengambilan contoh/sampel), uji proksimat yang meliputi analisis kadar air, abu dan mineral, protein, karbohidrat, dan lemak .

Mata pelajaran kimia analitik terapan bertujuan untuk:

1. Meyakini anugerah Tuhan pada pembelajaran kimia analitik terapan sebagai amanat untuk kemaslahatan umat manusia
2. Menghayati sikap cermat, teliti dan tanggungjawab sebagai hasil dari pembelajaran kimia analitik terapan
3. Menghayati pentingnya kerjasama sebagai hasil dari pembelajaran kimia analitik terapan
4. Menghayati pentingnya kepedulian terhadap kebersihan lingkungan laboratorium kimia sebagai hasil dari pembelajaran kimia analitik terapan
5. Menghayati pentingnya bersikap jujur, disiplin serta bertanggung jawab sebagai hasil dari pembelajaran kimia analitik terapan
6. Menunjukkan perilaku ilmiah (memiliki rasa ingin tahu; objektif; jujur; teliti; cermat; tekun; ulet; hati-hati; bertanggung jawab; terbuka; kritis; kreatif; inovatif dan peduli lingkungan) dalam aktivitas sehari-hari sebagai wujud implementasi sikap ilmiah dalam melakukan percobaan dan berdiskusi;
7. Menghargai kerja individu dan kelompok dalam aktivitas sehari-hari sebagai wujud implementasi melaksanakan percobaan dan melaporkan hasil percobaan;

8. Memupuk sikap ilmiah yaitu jujur, obyektif, terbuka, ulet, kritis dan dapat bekerjasama dengan orang lain;
9. Mengembangkan pengalaman menggunakan metode ilmiah untuk merumuskan masalah, mengajukan dan menguji hipotesis melalui percobaan, merancang dan merakit instrumen percobaan, mengumpulkan, mengolah, dan menafsirkan data, serta mengkomunikasikan hasil percobaan secara lisan dan tertulis;
10. Mengembangkan kemampuan bernalar dalam berpikir analisis induktif dan deduktif dengan menggunakan konsep dan prinsip kimia analitik terapan untuk menjelaskan berbagai peristiwa alam dan menyelesaian masalah baik secara kualitatif maupun kuantitatif;
11. Menguasai konsep dan prinsip kimia analitik terapan mempunyai keterampilan mengembangkan pengetahuan, dan sikap percaya diri sebagai bekal kesempatan untuk melanjutkan pendidikan pada jenjang yang lebih tinggi serta mengembangkan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Ruang Lingkup Materi :

1. Pengambilan sampel (sampling)
2. Analisis kadar air
3. Analisis kadar abu dan mineral
4. Analisis kadar protein,
5. Analisis karbohidrat,
6. Analisis kadar lemak,

B. Prasyarat

Sebelum mempelajari buku teks ini Anda harus sudah memiliki kemampuan :

1. Mengaplikasikan Kesehatan dan keselamatan Kerja (K3)
2. Mengaplikasikan Teknik Dasar Pekerjaan Laboratorium (TDPL)
3. Menggunakan Prosedur Analisis

C. Petunjuk Penggunaan Buku Teks Bahan Ajar Siswa

1. Buku teks bahan ajar siswa Kimia Analitik Terapan terdiri dari 2 buku, yaitu kimia analitik terapan semester 1 dan kimia analitik terapan semester 2
2. Buku teks bahan ajar semester 1 terdiri dari kompetensi dasar menganalisis teknik pengambilan sampel (sampling) dan melakukan pengambilan sampel , menganalisis dan melaksanakan teknik analisis kadar air dalam bahan/sampel, , menganalisis dan melaksanakan teknik analisis kadar abu dan mineral dalam bahan/sampel.
3. Sebelum memulai belajar, isilah ceklist kemampuan awal
4. Mulailah belajar dengan kompetensi dasar yang pertama dan seterusnya
5. Apabila telah selesai mempelajari uraian atau lembar informasi, dilanjutkan dengan lembar kerja/tugas
6. Apabila telah selesai mempelajari lembar informasi dan lembar kerja pada setiap kompetentensi dasar (KD), cek kemampuan anda dengan mengerjakan lembar penilaian dalam bentuk latihan, dan isilah refleksi.
7. Apabila anda merasa belum berhasil dan atau hasil penilaian akhir semester masih kurang dari 70, pelajari kembali materi yang merasa masih kurang.

D. Tujuan Akhir Pembelajaran

Setelah mempelajari buku teks bahan ajar siswa ini peserta didik mampu :

1. Menerapkan pengambilan sampel
2. Menerapkan teknik penentuan kadar air bahan sesuai dengan prosedur analisis
3. Menerapkan teknik penentuan abu dan mineral standar yang ditentukan
4. Melasanakan teknik pengambilan sampel (*sampling*) sesuai prosedur analisis
5. Melaksanakan analisis kadar air dalam bahan sesuai prosedur analisis
6. Melaksanakan analisis abu dan mineral dalam bahan sesuai standar yang ditetapkan.

E. Kompetensi Inti Dan Kompetensi Dasar

Kompetensi Inti dan Kompetensi dasar pada mata pelajaran kimia analitik terapan pada semester satu sebagai berikut:

KOMPETENSI INTI	KOMPETENSI DASAR
1. Menghayati dan mengamalkan ajaran agama yang dianutnya	1.1 Meyakini anugerah Tuhan pada pembelajaran kimia analitik terapan sebagai amanat untuk kemaslahatan umat manusia.
2. Menghayati dan mengamalkan perilaku jujur, disiplin, tanggungjawab, peduli (gotong royong, kerjasama, toleran, damai), santun, responsif dan pro-aktif dan menunjukan sikap sebagai bagian dari solusi atas berbagai permasalahan dalam berinteraksi secara efektif dengan lingkungan sosial dan alam serta dalam menempatkan diri sebagai cerminan bangsa dalam pergaulan dunia.	2.1 Menghayati sikap teliti, cermat dan disiplin sebagai hasil dari pembelajaran *sampling* (pengambilan contoh), analisis air, abu dan mineral, protein, karbohidrat, lemak, vitamin 2.2 Menghayati sikap jujur dan tanggung jawab sebagai hasil pembelajaran dari *sampling* (pengambilan contoh), analisis air, abu dan mineral, protein, karbohidrat, lemak, vitamin 2.3 Menghayati pentingnya kepedulian terhadap kebersihan lingkungan laboratorium kimia sebagai hasil dari pembelajaran *sampling* (pengambilan contoh), analisis air, abu dan mineral, protein, karbohidrat, lemak, vitamin 2.4 Menghayati sikap teliti dan tanggung jawab sebagai hasil dari pembelajaran *sampling* (pengambilan contoh), analisis air, abu dan mineral, protein, karbohidrat, lemak, vitamin
3. Memahami, menerapkan, dan menganalisis pengetahuan faktual, konseptual, prosedural, dan metakognitif berdasarkan rasa ingin tahunya tentang ilmu pengetahuan, teknologi, seni,	3.1 Menerapkan pengambilan sampel 3.2 Menganalisis teknik penentuan air 3.3 Menganalisis teknik penentuan abu dan mineral 3.4 Menerapkan teknik penentuan

KOMPETENSI INTI	KOMPETENSI DASAR
budaya, dan humaniora dalam wawasan kemanusiaan, kebangsaan, kenegaraan, dan peradaban terkait penyebab fenomena dan kejadian dalam bidang kerja yang spesifik untuk memecahkan masalah.	protein 3.5 Menerapkan teknik penentuan karbohidrat 3.6 Menerapkan teknik penentuan lemak
4. Mengolah, menalar, dan menyaji dalam ranah konkret dan ranah abstrak terkait dengan pengembangan dari yang dipelajarinya di sekolah secara mandiri, bertindak secara efektif dan kreatif, dan mampu melaksanakan tugas spesifik di bawah pengawasan langsung.	4.1 Melasanakan teknik pengambilan sampel (*sampling*) 4.2 Melaksanakan analisis air 4.3 Melaksanakan analisis abu dan mineral 4.4 Melaksanakan analisis protein 4.5 Melaksanakan analisis karbohidrat 4.6 Melaksanakan analisis lemak

F. Cek Kemampuan Awal

Jawablah pertanyaan berikut dengan memberi tanda "√" pada kolom "sudah" atau "belum"

No	Pertanyaan	Sudah	Belum
A. Pengambilan Sampel			
1.	Apakah anda sudah memahami pengertian teknik pengambilan sampel (sampling)		
2.	Apakah anda sudah memahami jenis-jenis pengambilan sampel		
3.	Apakah anda mengenal jenis alat yang digunakan untuk pengambilan sampel		
4.	Apakah anda memahami tentang perbedaan populasi dan sampel		
5.	Apakah anda sudah memahami jenis-jenis sampling		
6.	Apakah anda sudah memahami prinsip pengambilan sampel.		

No	Pertanyaan	Sudah	Belum
7.	Apakah anda sudah memahami teknik/metode pengambilan sampel		
8.	Apakah anda sudah memahami persiapan pengambilan sampel untuk analisis		
9.	Apakah anda sudah pernah melakukan pengambilan sampel untuk dianalisis di laboratorium		
10.	Apakah anda sudah memahami pengelolaan pengambilan sampel di laboratorium		
B. Analisis Kadar Air			
11.	Apakah anda sudah memahami dasar analisis kadar air.		
12.	Apakah anda sudah mengenal alat dan bahan yang digunakan untuk analisis air		
13.	Apakah anda sudah memahami prinsip dasar analisis kadar air		
14.	Apakah anda sudah memahami teknik analisis kadar air		
15.	Apakah anda sudah memahami preparasi sampel untuk analisis kadar air		
16.	Apakah anda sudah menerapkan prosedur analisis kadar air		
17.	Apakah anda sudah dapat mengolah data hasil analisis kadar air		
18.	Apakah anda sudah dapat menginterpretasikan data hasil analisis kadar air		
C. Analisis Kadar Abu dan Mineral			
19.	Apakah anda sudah memahami dasar analisis kadar abu dan mineral		
20.	Apakah anda sudah mengenal alat dan bahan yang digunakan untuk analisis kadar abu dan mineral		
21.	Apakah anda sudah memahami prinsip dasar analisis kadar kadar abu dan mineral		
22.	Apakah anda sudah memahami teknik analisis kadar kadar abu dan mineral		
23.	Apakah anda sudah memahami preparasi sampel untuk analisis kadar kadar abu dan mineral		
24.	Apakah anda sudah menerapkan prosedur analisis kadar kadar abu dan mineral		

No	Pertanyaan	Sudah	Belum
25.	Apakah anda sudah dapat mengolah data hasil analisis kadar kadar abu dan mineral		
26.	Apakah anda sudah dapat menginterpretasikan data hasil analisis kadar kadar abu dan mineral		

Keterangan :

1. Apabila jawaban "sudah" minimal 18 item (lebih dari 70%), maka anda sudah bisa langsung mengerjakan evaluasi.
2. Apabila jawaban "sudah" kurang dari 18 (kurang dari 70%), maka anda harus mempelajari buku teks terlebih dahulu.

II. PEMBELAJARAN

Kegiatan Pembelajaran 1 : Pengambilan Sampel (Sampling)

A. Deskripsi

Pengambilan sampel (Sampling) merupakan salah satu kompetensi dasar dari mata pelajaran kimia analitik terapan untuk peserta didik SMK program keahlian teknik kimia pada paket keahlian kimia analisis. Kompetensi dasar ini bertujuan untuk memantapkan pemahaman fakta, konsep, prinsip dan prosedur serta metakognitif mengenai teknik pengambilan sampel dalam suatu bahan tertentu secara aplikatif. Pembelajaran ini meliputi teknik dasar, prinsip, alat dan bahan yang digunakan, metoda , prosedur, perhitungan/pengolahan data dan teknik laporan hasil pengambilan sampel. Pelaksanaannya meliputi langkah-langkah pembelajaran mengamati, menanya, mengeksplorasi keterampilan proses dalam bentuk eksperimen, mengasosiasi, dan mengkomunikasikan hasil pengamatan, kesimpulan berdasarkan hasil analisis secara lisan, tertulis, atau media lainnya. Media yang digunakan meliputi alat dan bahan praktikum serta In focus. Penguasaan materi peserta didik dievaluasi melalui sikap, pengetahuan dan keterampilan.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

Setelah mempelajari materi ini perserta didik mampu :

a. Menerapkan teknik pengambilan sampel
b. Melaksanakan teknik pengambilan sampel

2. Uraian Materi

a. Pengambilan Contoh (Sampling)

Kegiatan : 1

Bacalah dengan seksama materi tentang pengertian : pengambilan contoh , sampel/contoh dan populasi. Buatlah rankuman dari materi yang telah disimak tersebut. Diskusikan hasil rangkumannya dengan teman anda! Buatlah pertanyaan dari materi yang kira-kira tidak dipahami dan presentasikan di depan kelas hasil diskusi tersebut!

Sampel berasal dari bahasa Inggris "*sample*" yang artinya sampel atau contoh, yaitu sebagian dari jumlah dan karakteristik yang dimiliki oleh populasi. Ronald (1995) mendefinisikan sampel adalah suatu himpunan bagian dari populasi. Sampel adalah sebagian dari lot atau populasi. Artinya tidak akan ada sampel jika tidak ada populasi. Populasi adalah keseluruhan elemen atau unsur yang akan kita teliti. Kesimpulan dari populasi yang mendekati kebenaran diawali dengan pengambilan sampel yang benar.

Pengambilan sampel yang mewakili adalah kemampuan untuk mendapatkan sejumlah sampel yang mewakili populasi (*lot atau batch*) dengan kondisi sampel tersebut dalam keadaan sesuai untuk pengujian atau pengolahan lebih lanjut. Sampel adalah bagian populasi yang diambil untuk menggambarkan populasi. Sedangkan populasi adalah sejumlah barang yang menjadi perhatian.

Pengambilan sampel atau penarikan sampel adalah mengambil sejumlah atau sebagian bahan atau barang yang dilakukan dengan menggunakan metode tertentu sehingga bagian barang atau bahan yang diambil bersifat mewakili (*representatif*) keseluruhan barang atau bahan. Sampel mewakili adalah suatu sampel yang diperoleh dengan menggunakan teknik *sampling* yang sesuai, yang dapat meliputi sub sampling, untuk menghasilkan keberhasilan yang tepat terhadap sumber sampel atau populasi produk. Dalam hal-hal tertentu (seperti analisis forensik), sampel bisa saja tidak representatif tapi ditentukan oleh ketersediaan. Pengambilan sampel juga diperlukan untuk melakukan pengujian atau kalibrasi substansi, bahan atau produk terhadap spesifikasi tertentu yang menjadi standar atau acuan.

Dasar pertimbangan pengambilan sampel dalam penelitian adalah memperhitungkan masalah efisiensi (waktu dan biaya) dan masalah ketelitian dimana penelitian dengan pengambilan sampel dapat mempertinggi ketelitian, karena jika penelitian terhadap populasi belum tentu dapat dilakukan secara teliti. Seorang peneliti dalam suatu penelitian harus memperhitungkan dan memperhatikan hubungan antara waktu, biaya dan tenaga yang akan dikeluarkan dengan presisi (tingkat ketepatan) yang akan diperoleh sebagai pertimbangan dalam menentukan metode pengambilan sampel yang akan digunakan. Pengertian sampel yang mewakili adalah sampel yang diperoleh dengan menggunakan teknik pengambilan sampel yang sesuai, termasuk sub pengambilan sampel, untuk menghasilkan keberhasilan yang tepat terhadap sumber sampel atau populasi produk. Berapa jumlah sampel yang harus diuji dan metode apa yang harus digunakan dalam pengambilan sampel merupakan keputusan yang harus dilakukan sebelum melakukan analisis. Banyak cara atau metode pengambilan sampel, dimana metode pengambilan

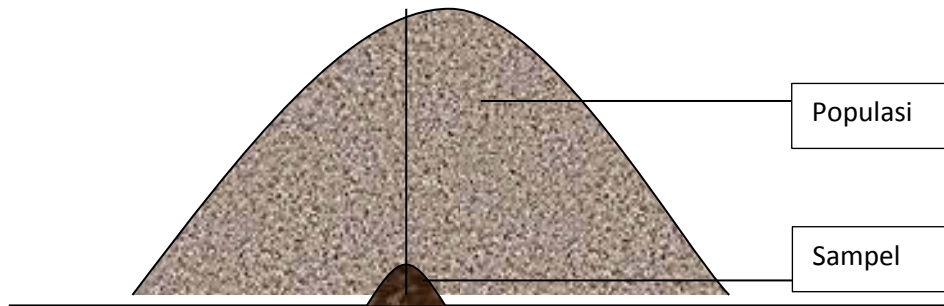
sampel berkaitan dengan: ketepatan, acuan filosofi statistik dan resiko dalam keputusan.

Pengambilan sampel yang benar dan terpercaya memerlukan biaya yang lebih besar. Namun dilapangan biasanya tidak tersedia fasilitas yang ideal. Sampel yang diambil dari populasi yang benar dengan metode yang dapat dipertanggungjawabkan dilakukan untuk :

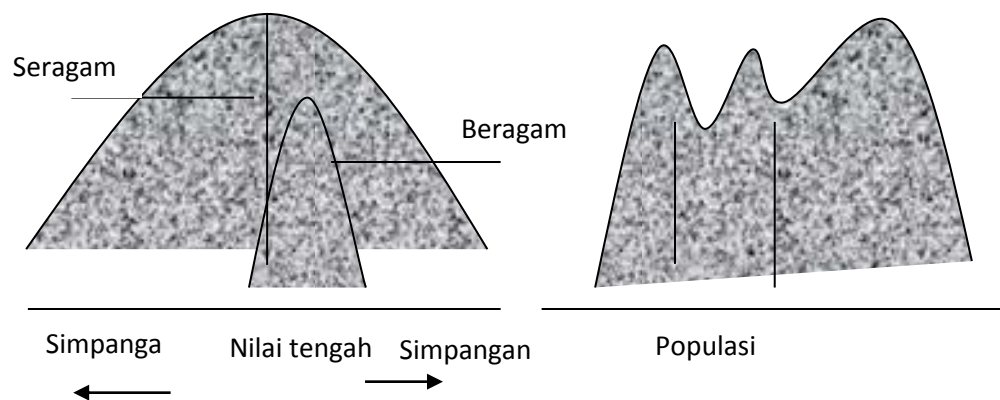
- Memperoleh sertifikat kualitas atau sertifikat analisis oleh laboratorium pengujian. Hal ini berarti sampel digunakan untuk analisa mutu.
- Memperoleh sertifikasi produk oleh Lembaga Sertifikasi Produk (LSPro)
- Memperoleh sertifikasi sistem mutu manajemen oleh Lembaga Sertifikaasi Sistem Mutu (LSSM)
- Memperoleh sertifikasi HACCP oleh Lembaga Sertifikasi Sistem Hazard Critical Control Point (LSSHACCP)
- Tujuan inspeksi yaitu menentukan apakah suatu produk dengan jumlah tertentu diterima atau ditolak oleh lembaga inspeksi
- Pengendalian mutu (Quality control)
- Tujuan transaksi barang

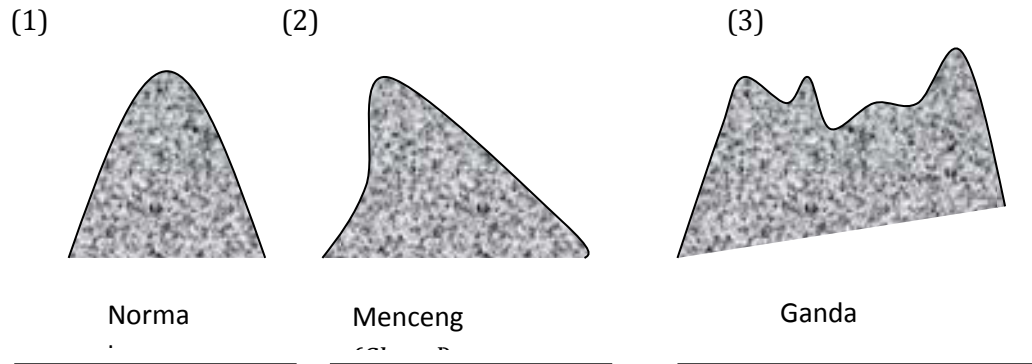
b. Perbedaan Populasi dan Sampel

Sampel adalah bagian dari suatu lot (populasi) yang dapat mewakili sifat dan karakter populasi tersebut. Kesimpulan dari populasi yang mendekati kebenaran diawali dengan pengambilan sampel yang benar. Idealnya semua bahan dijadikan sampel yang harus diuji. Namun cara demikian tidak mungkin dilakukan karena membutuhkan banyak waktu, biaya, peralatan, tenaga dan tidak ada bahan atau produk pangan yang tersisa untuk dijual. Pengambilan sampel yang mewakili adalah kemampuan untuk mendapatkan sejumlah sampel yang mewakili populasi (*lot atau*

batch) dengan kondisi sampel tersebut dalam keadaan sesuai untuk pengujian atau pengolahan lebih lanjut. Sampel adalah bagian populasi yang diambil untuk menggambarkan populasi. Sedangkan populasi adalah sejumlah barang yang menjadi perhatian.

Gambar 1. Perbedaan Populasi dan Sampel

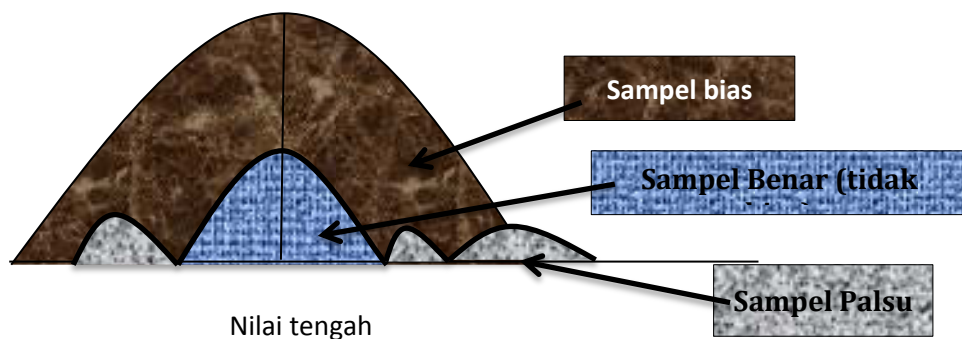
1) Populasi

Berdasarkan keseragaman, populasi dibedakan menjadi tiga yaitu populasi yang seragam (homogen), populasi yang beragam (heterogen) dan populasi berkelas. Jenis populasi tersebut digambarkan sebagai berikut.

Gambar 2. Populasi berdasarkan kesesragaman

Berdasarkan distribusinya populasi terbagi menjadi tiga jenis yaitu distribusi normal, menceng (*skewed*) atau ganda.

Gambar 3. Populasi berdasarkan Distribusi

Data populasi perlu diketahui oleh petugas pengambil sampel. Beberapa informasi populasi yang perlu diketahi diantaranya adalah latar belakang populasi seperti asal populasi, deskripsi populasi dan status kepemilikan. Perlu pula diketahi apakah populasi mempunyai data atribut atau data variabel.

2) Sampel/contoh

Sampel yang diambil dari populasi dapat dibedakan menjadi tiga jenis yaitu sampel benar, sampel bias dan sampel palsu.

Gambar 4. Sampel yang diambil dari populasi

Jenis-jenis sampel dapat dilihat pada gambar berikut :

1. Sampel cair

Gambar 5. Sampel cair dalam kemasan botol

2. Sampel Padat

(a) **(b)**

(c) **(d)**

Gambar 6. (a), (b), (c) dan (d) Jenis Sampel Padat

c. Petugas Pengambil Contoh (PPC)

Petugas pengambil contoh harus mempunyai pemahaman yang menyeluruh mengenai makna sampel dan pupulasi serta hubungan sampel dengan populasi. Hal-hal yang terpenting dalam pengambilan sampel adalah menerapkan wawasan (pengetahuan) tentang pengambilan sampel dalam melakukan aktivitas pengambilan sampel. Petugas pengambil contoh melakukan aktivitas pengambilan sampel terkait dengan biaya.

Petugas pengambil contoh harus memahami karakteristik dari sampel yang diambilnya. Sampel atau cuplikan (*specimen)* harus mewakili populasi. Apabila pengambilan sampel dilakukan dengan benar baik dari teknik maupun metode yang digunakan maka akan mewakili populasi begitu pula sebaliknya. Jika sampel terlalu sedikit maka tidak mewakili poulasi sebaliknya jika sampel banyak maka akan mewakili populasi namun masalahnya biaya pengambilan sampel dan pengujian sampel akan mahal. Petugas pengambil contoh harus menentukan berapa cantoh yang diambil sehingga tidak terlalu mahal namun tetap mewakili populasi.

Dalam rangka peningkatan daya saing produk Indonesia memasuki pasar nasional, regional maupun international, serta dalam rangka memberikan perlindungan pada konsumen, setiap produk perlu dilakukan pemeriksaan mutu produk oleh laboratorium penguji. Kebenaran hasil pengujian laboratorium sangat dipengaruhi oleh kebenaran dalam pengambilan sampel oleh petugas pengambil contoh (PPC). Seorang Petugas Pengambil Contoh harus mempunyai visi, kebijakan, sikap dan pengetahuan yang benar dalam melakukan pengambilan sampel.

1) Visi

   Petugas Pengambil Contoh (PPC) dalam melakukan teknik pengambilan sampel harus mempunyai visi yaitu mengambil sampel sesuai dengan kaidah yang berlaku dan dilaksanakan secara benar sesuai standar yang berlaku tersebut. Beberapa kaidah dalam pengambilan sampel termuat dalam standar pengambilan sampel diantaranya adalah:

   a. SNI 0429-1998 - A: Petunjuk pengambilan sampel cairan dan semi padat
   b. SNI 0428-1998 - A: Petunjuk pengambilan sampel padatan
   c. SNI 03-7016-2004 - Tata Cara Pengambilan Sampel Dalam Rangka Pemantauan Kualitas Air Pada Suatu Daerah Pengaliran Sungai

2) Kebijakan (*Wisdom*)

   Petugas Pengambil Contoh (PPC) dalam melakukan teknik pengambilan contoh/sampel harus bijaksana. Teknik pengambilan sampel menuntut kebijakan petugas pengambil contoh/sampel dalam melakukan tugasnya agar senantiasa menggunakan hati nurani yang bersih dan melakukan tugasnya secara bijak tanpa dipengaruhi oleh kepentingan-kepentingan lain.

3) Sikap

Petugas Pengambil Contoh (PPC) dalam melakukan teknik pengambilan contoh/sampel harus mempunyai sikap teliti, cermat, hati-hati yang merupakan tuntutan sikap yang harus dimiliki seorang petugas pengambil sampel.

4) Pengetahuan "*know and how*"

Petugas Pengambil Contoh (PPC) harus memiliki ilmu yang cukup agar dapat mengambil sampel dengan benar. Mereka tidak hanya dapat melakukan namun harus juga tahu bagaimana melakukan pengambilan contoh/sampel yang benar dan mengapa melakukan pengambilan contoh/sampel dengan cara tersebut.

Petugas Pengambil Contoh harus mengetahui lingkup pekerjaan dalam pengambilan sampel. Pengambilan sampel dimulai dari persiapan pengambilan sampel, pelaksanaan pengambilan sampel, pelaporan pengambilan sampel dan transportasi sampel ke laboratorium pengujian. Tahapan pekerjaan dalam pengambilan sampel untuk tujuan pengujian di laboratorium dapat diuraikan sebagai berikut:

a. Menetapkan ukuran sampel
b. Menetapkan cara pengambilan sampel
c. Melakukan pengambilan sampel
d. Melakukan pengamanan sampel (mengemas seuai kaidah yang berlaku)
e. Membuat laporan pengambilan sampel
f. Melakukan transportasi sampel dari tempat pengambilan sampel sampai pada laboratorium pengujian
g. Menyerahkan sampel kepada laboratorium pengujian

d. Langkah-langkah Pengambilan Contoh

1) Persiapan Pengambilan Contoh/Sampel

Sebelum melakukan pengambilan sampel petugas pengambil contoh membuat rancangan pengambilan sampel yang terkait dengan memilih metode, peralatan dan waktu. Tentunya pilihan harus sesuai dengan kebutuhan dan tujuan pengambilan sampel. Setelah rancangan pengambilan sampel dibuat maka selanjutnya melaksanakan pengambilan sampel sesuai dengan rancangan tersebut. Mengaplikasikan rancangan pengambilan sampel di lapangan petugas pengambil contoh harus mandiri (tidak mudah dipengaruhi), kreatif dan sadar adanya resiko.

Umumnya penilaian mutu suatu bahan pangan ditentukan dari hasil analisa yang diperoleh dari sejumlah kecil sampel yang ditarik dari lot. Dengan demikian, pengambilan sampel harus dilakukan melalui prosedur pengambilan sampel baku yang telah ditetapkan. Bahan diperiksa dan dipastikan cocok untuk diambil sampelnya, sampel dikumpulkan dan dipastikan bahwa jenis, lokasi, pengambilan sampel, dan waktu pengambilan sampel sesuai dengan rencana pengambilan sampel (*sampling plan*). Persiapan yang dilakukan untuk pengambilan sampel dapat memperlancar pengambilan dan penanganan sampel.

Persiapan pengambilan sampel harus dipastikan dahulu bahwa lot yang akan dilakukan pengambilan sampel bersifat homogen, artinya bahan pangan atau bahan lainnya yang terdapat dalam lot tersebut harus berasal dari bahan baku, mesin atau operator yang sama. Bila tidak homogen maka akan sulit mengambil sampel yang dapat mewakili lot dan akan sulit pula untuk melakukan tindakan koreksi dalam upaya mengurangi sumber ketidaksesuaian.

Pengertian lot adalah jumlah atau satuan bahan yang dihasilkan dan ditangani dengan kondisi yang sama. Pengertian lot dalam statistik adalah

identik dengan populasi. Lot dapat berupa sejumlah kontainer atau satu kapal dengan 100, 200 atau 1000 kontainer; beras satu truk atau lebih; satu kali produksi makanan kaleng. Kecap yang dihasilkan hari ini termasuk dalam lot yang berbeda dengan kecap yang dihasilkan esok hari. Sampel lain adalah roti yang dihasilkan dari adonan yang pertama berada dalam lot yang berbeda dengan roti hasil dari adonan kedua, meskipun kedua adonan tersebut sama.

2) Teknik atau Metode Pengambilan Contoh/sampel

Sebelum pada bahasan teknik pengambilan sampel pada data kuantitatif dan bagaimana cara menentukan ukuran sampel, maka harus tahu terlebih dahulu mengenai istilah berikut:

a. Populasi adalah seperangkat unit analisa lengkap yang sedang diteliti.
b. Sampel adalah bagian dari populasi yang dipilih untuk dipelajari.
c. Pengambilan sampel adalah cara-cara atau teknik penarikan sampel dari populasi.

a) Jenis-jenis Pengambilan Sampel

Jenis-jenis pengambilan sampel secara probabilitas atau "probability sampling" adalah:

- Pengambilan sampel secara acak sederhana.
- Pengambilan sampel secara sistematis.
- Pengambilan sampel secara acak bertingkat.
- Pengambilan sampel gugus sederhana.

b) Metode Pengambilan Sampel

Sampling/pengambilan sampel adalah teknik atau cara memilih sebuah sampel yang dapat mewakili (representatif) bahan yang akan dianalisis. Sampel yang diambil dari lapangan atau yang diterima di

laboratorium dapat berbentuk cair (air, limbah), serbuk (tepung, tulang, garam dapur), gumpalan (batu kapur) atau lempengan (logam). Sampel yang berbentuk gumpalan ditumbuk, digerus menggunakan lumpang porselen, baja atau agate, tergantung pada kekerasan sampel atau dapat juga digunakan mesin penggiling. Sampel yang berbentuk lempengan logam biasanya dibor pada tempat-tempat tertentu. Serbuk hasil penumbukan, penggilingan atau pemboran kemudian dikumpulkan. Apabila cuplikan yang diterima banyak, maka jumlahnya harus dikurangi agar dalam penimbangan diperoleh sampel yang mewakili (representatif). Salah satu cara sampling adalah mengkuarter yang dilakukan dengan cara:

a. Dihamparkan cuplikan di atas kertas atau lempengan plastik secara merata hingga ketebalan 2-3 cm.
b. Dibuat diagonal dari sudut-sudutnya sehingga terdapat 4 buah segitiga.
c. Diambil 2 segitiga yag berhadapan, sedangkan 2 segitiga yang lain disimpan.
d. Cuplikan/sampel yang berasal dari 2 segitiga pertama diaduk lagi sampai rata, kemudian diulangi pekerjaan a. sampai d. hingga didapatkan cuplikan/sampel yang jumlahnya 50-100 gram.
e. Sampel ini disimpan dalam botol bersih dan kering yang sudah diberi label dan sudah siap untuk ditimbang.

Metode pengambilan sampel acak yang sering digunakan adalah pengambilan acak sederhana. Pengambilan sampel pada metode ini tidak menghiraukan susunan anggota populasi. Setiap anggota populasi merupakan satuan penarikan sampel. Dengan demikian jumlah satuan penarikan sampel sama dengan jumlah populasi = N dan jumlah sampel yang akan diambil = n anggota populasi. Suatu daftar yang memuat

semua satuan penarikan sampel secara jelas disebut kerangka penarikan sampel.

Selain metode pengambilan sampel acak sederhana yang biasa digunakan adalah pengambilan sampel acak berlapis. Metode ini digunakan jika ukuran populasi terlalu besar, dan diperkirakan terdapat keragaman yang sangat besar antar anggota populasi, sehingga populasi perlu dipecah menjadi beberapa subpopulasi atau disebut lapisan. Tiap-tiap lapisan atau subpopulasi dilakukan sampling dengan cara yang prinsipnya sama dengan acak sederhana. Dengan cara demikian diharapkan dapat diperkecil kragaman antar anggota populasi, karena telah terjadi pengelompokkan sebelumnya.

Sampel random pengambilan sampel adalah teknik untuk mendapatkan sampel yang langsung dilakukan pada unit pengambilan sampel. Pengambilan sampel secara sistematis adalah suatu metode pengambilan sampel dimana hanya unsur pertama dari sampel yang dipilih secara acak, sedangkan unsur-unsur selanjutnya dipilih secara sitematis menurut suatu pola tertentu. Pengambilan sampel secara sistematis dapat dilakukan jika nama-nama atau identifikasi dari setiap unit dalam populasi terdapat dalam kerangka pengambilan sampel dan populasi tersebut harus mempunyai pola yang beraturan.

Banyak metode pengambilan sampel yang dapat digunakan untuk menentukan mutu, beberapa diantaranya yang banyak digunakan adalah :

- **Pemeriksaan 100 persen**

  Pelaksanaan pengambilan sampel dengan menggunakan metode pemeriksaan 100 persen membutuhkan waktu, tenaga dan biaya besar, namun tidak selalu diimbangi dengan 100 persen keberhasilan.

- **Pengambilan sampel berdasarkan teori statistik**

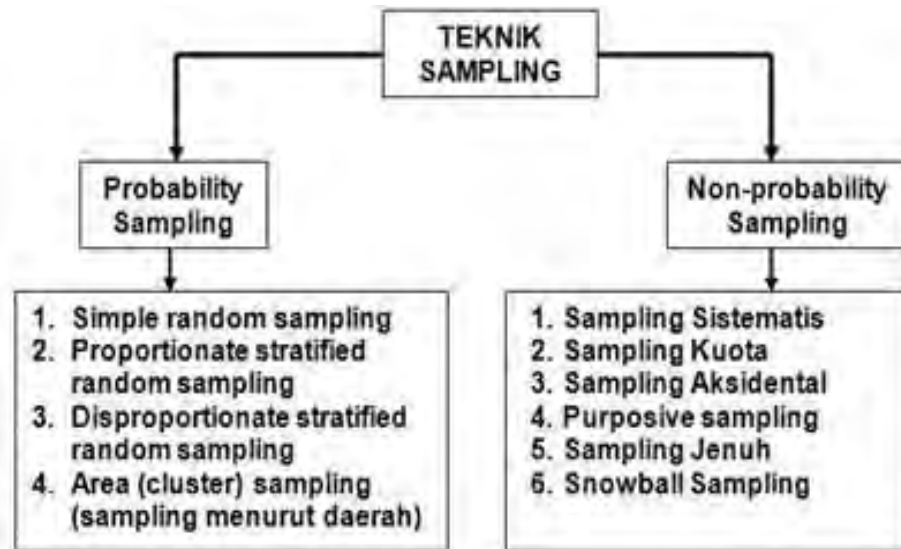
  Pelaksanaan pengambilan sampel berdasarkan teori statistik membutuhkan biaya lebih rendah dibandingkan metode pemeriksaan 100 persen. Metode pengambilan sampel ini menggunakan teori statistik dalam pelaksanaannya, sehingga dapat memperkecill terjadinya resiko.

  Metode pengambilan sampel berdasarkan teori statistik memposisikan produser sebagai penanggung jawab produk. Dengan demikian, produser harus mempertahankan mutu produk agar selalu baik. Bila tidak, akan timbul permasalahan dan kerugian yang diakibatkan penolakan produk oleh konsumen.

- **Pengambilan sampel tidak berdasarkan teori statistik**

  Metode pengambilan sampel yang tidak berdasarkan teori statistik umumnya tidak direkomendasi karena tidak memiliki dasar yang logis dalam pengambilan keputusan untuk menerima atau menolak suatu produk. Hal ini dikarenakan tidak terdeteksinya resiko dari pengambilan sampel, menghasilkan fluktuasi mutu yang tinggi, dan keluar dari batas mutu yang dipersyaratkan.

Teknik sampling (gambar 7) dapat diketahui bahwa secara umum terdapat dua kelompok teknik pengambilan sampel yaitu: (1) *probability sampling* , dan (2) *non-probability sampling*.

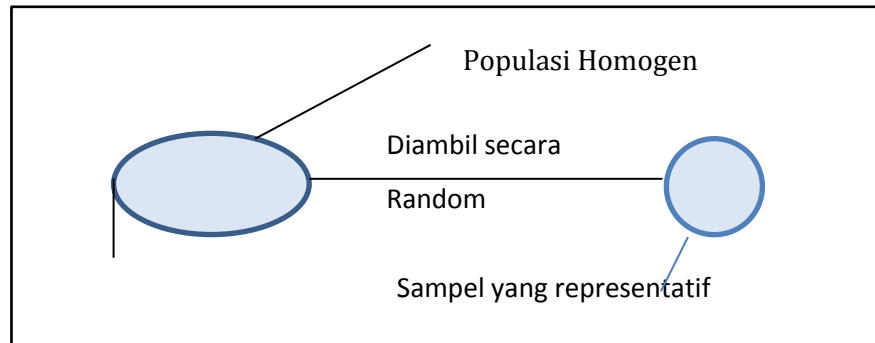
Beberapa teknik pengambilan sampel ditunjukkan pada gambar:

Gambar 7. Teknik sampling

(a) *Probability Sampling* (Pengambilan sampel dengan Peluang/ Kesempatan)

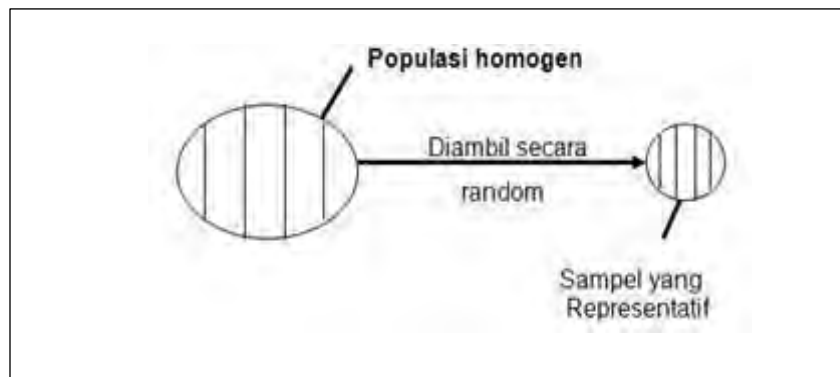
Probability sampling merupakan teknik penarikan sampel yang memberi peluang/kesempatan yang sama bagi setiap unsur atau anggota populasi untuk terpilih menjadi sampel. Teknik pengambilan sampel ini meliputi:

(1). Random *Sampling* (Pengambilan sampel acak/random)

Untuk menghilangkan kemungkinan bias, kita perlu mengambil sampel random sederhana atau sampel acak. Pengambilan sampel dari semua anggota populasi dilakukan secara acak tanpa memperhatikan strata yang ada dalam anggota poipulasi. Hal ini dapat dilakukan apabila anggota poipulasi dianggap homogen.

Teknik pengambilan sampel ini seperti pada gambar berikut:

Gambar 8. Teknik Random *Sampling*

(2). *Proportinate Stratified Random Sampling*

Teknik ini digunakan apabila populasi mempunyai anggota/ karakteristik yang tidak homogen dan berstrata secara proportional. Sebagai sampel suatu organisasi mempunyai personil yang terdiri dari latar belakang pendidikan yang berbeda yaitu: SLTP, SLTA, S1, dan S2 dengan jumlah setiap kelas pendidikan juga berbeda. Jumlah anggota populasi untuk setiap strata pendidikan tidak sama atau bervariasi. Jumlah sampel yang harus diambil harus meliputi strata pendidikan yang ada yang diambil secara proporsional.

Gambar 9. Teknik Proportionate Stratified Random Sampling

(3). *Disproportionate Random Sampling*

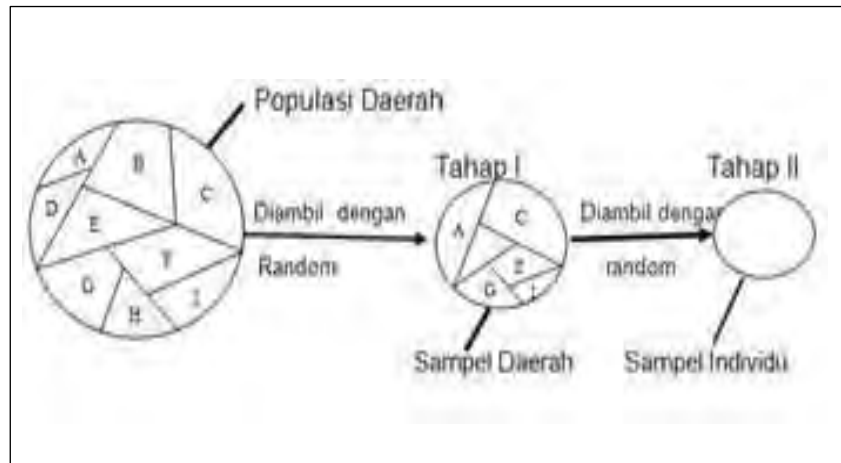
Teknik ini digunakan untuk menentukan jumlah sampel, bila populasi berstrata tetapi kurang proporsional. Sebagai contoh sebuah perusahaan mempunyai personil sebagai berikut: 3 orang S3, 5 orang S2, 100 orang S1, 800 orang SLTA, dan 700 orang SLTP. Dalam penarikan sampel maka personil yang berijazah S2 dan S3 semuanya diambil sebagai sampel, karena kedua kelompok tersebut jumlahnya terlalu kecil jika dibandingkah dengan kelompok lainnya.

(4). Cluster *Sampling* (pengambilan sampel daerah)

Teknik pengambilan sampel daerah (*cluster sampling*) digunakan untuk menentukan sampel bila obyek yang akan diteliti atau sumber data sangat luas, misalnya penduduk suatu negara, propinsi atau kabupaten. Untuk menentukan penduduk mana yang akan dijadikan sumber data, maka pengambilan sampelnya berdasarkan daerah dari populasi yang telah ditetapkan.

Sebagai contoh Indonesia terdiri dari 30 propinsi, sampel yang akan diambil sebanyak 5 propinsi, maka pengambilan 5 propisnsi dari 30 propinsi dilakukan secara random. Suatu hal yang perlu diingat adalah bahwa karena propinsi yang ada di Indonesia juga berstrata, maka pengambilan sampel untuk 5 propinsi juga dilakukan dengan menggunakan teknik *stratified random sampling*.

Teknik cluster - *sampling* dilakukan dalam dua tahap yaitu:

a. Menentukan sampel daerah
b. Menentukan orang-orang yang ada pada daerah dengan cara pengambilan sampel juga, teknik ini digambarkan seperti pada gambar berikut:

Gambar 10. Teknik Cluster Random Sampling

(b) Non-probability Sampling

Non-probability sampling merupakan teknik penarikan sampel yang memberi peluang/kesempatan yang sama bagi setiap unsur atau anggota populasi untuk terpilih menjadi sampel. Teknik pengambilan sampel ini meliputi:

1) Pengambilan Sampel Sistematis

   Teknik pengambilan sampel ini merupakan teknik penarikan sampel dengan cara penentuan sampel berdasarkan urutan dari anggota populasi yang telah diberi nomor urut. Sebagai sampel jumlah anggota populasi sebanyak 200 orang. Anggota populasi diberi nomor urut dari no 1 sampai nomor 200. Selanjutnya pengambilan sampel dilakukan dengan memilih nomor urut ganjil, atau genap saja, atau kelipatan dari bilangan tertentu, seperti bilangan 5 dan lainnya.

2) Pengambilan Sampel Kuota

   Pengambilan sampel kuota adalah teknik penarikan pengambilan sampel dari populasi yang mempunyai ciri-ciri tertentu sampai

pada jumlah (quota) yang diinginkan. Sebagai sampel akan melakukan penelitian terhadap pegawai golongan II pada suatu instansi, dan penelitian dilakukan secara kelompok. Jumlah sampel ditetapkan 100 orang sementara penelitian sebanyak 5 orang, maka setiap anggota peneliti dapat memilih sampel secara bebas dengan karakteristik yang telah ditentukan (golongan II) sebanyak 20 orang.

3) Pengambilan Sampel Aksidental

Pengambilan sampel aksidental adalah teknik penentuan sampel, berdasarkan kebetulan, yaitu siapa saja yang secara kebetulan bertemu dengan peneliti dapat digunakan sebagai sampel, bila orang yang ditemukan pada waktu menentukan sampel cocok dengan yang diperlukan sebagai sumber data.

4) Pengambilan Sampel Tertentu (*Purposive Sampling*)

Pengambilan Sampel Tertentu, adalah teknik penarikan sampel yang dilakukan untuk tujuan tertentu saja. Misalnya akan melakukan penelitian tentang disiplin pegawai, maka sampel yang dipilih adalah orang yang ahli dalam bidang kepegawaian saja.

5) Pengambilan Sampel Jenuh

Pengambilan sampel jenuh adalah teknik penarikan sampel apabila semua anggota populasi digunakan sebagai sampel. Hal ini sering dilakukan bila jumlah npopuloasi relatif kecil, kurang dari 30 orang. Istilah lain dari pengambilan sampel jenuh ini adalah sensus, dimana semua anggota populasi dijadikan sampel.

6) *Snowball sampling*

Snowball sampling adalah teknik penarikan sampel yang mula-mula dilakukan dalam jumlah kecil (informan kunci) kemudian sampai yang terpilih pertama disuruh memilih sampel berikutnya, yang akhirnya jumlah sampel akan bertambah banyak seperti bola salju yang bergelinding makin lama makin besar.

7) Pengambilan Sampel Seadanya

Merupakan pengambilan sampel sebagian dari populasi berdasarkan seadanya data atau kemudahannya mendapatkan data tanpa perhitungan apapun mengenai derajat kerepresesntatipannya. Dalam pembuatan kesimpulan masih sangat kasar dan bersifat sementara.

8) Pengambilan Sampel Purposif (pengambilan sampel pertimbangan)

Pengambilan sampel purposif dikenal juga dengan pengambilan sampel pertimbangan, terjadi apabila pengambilan sampel dilakukan berdasarkan pertimbangan perorangan atau pertimbangan peneliti. Pengambilan sampel purposif akan baik hasilnya di tangan seorang akhli yang mengenal populasi. Cara penarikan sampel ini sangat cocok digunakan untuk studi kasus.

3) Menentukan Jumlah Sampel

Besarnya jumlah sampel sering dinyatakan dengan ukuran sampel. Jumlah sampel yang mewakili 100% populasi adalah sama dengan jumlah populasi. Makin besar jumlah sampel mendekati jumlah populasi maka peluang kesalahan dalam melakukan generalisasi akan semakin kecil, dan sebaliknya makin kecil jumlah sampel penelitian maka diduga akan semakin besar kemungkinan kesalahan dalam melakukan generalisasi.

Beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam menentukan jumlah atau besarnya sampel adalah sebagai berikut:

a) Unit analisis,
b) Pendekatan atau model penelitian,
c) Banyaknya karakteristik khusus yang ada pada populasi,
d) Keterbatasan Penelitian.

Untuk jumlah subyek dalam populasi sebanyak 100 sampai 150 subyek, maka jumlah sampel yang diambil sebanyak lebih kurang 25-30%. Besarnya sampel juga diambil dengan menggunakan rumus Cohran sebagai berikut:

$$no = \frac{t^2 . p . q}{d^2} \quad \text{Rumus koreksi} \quad n = \frac{no}{1 + \frac{no}{N}}$$

Keterangan:

No = Besar sampel tahap pertama
t^2 = Besarnya z sesuai dengan taraf siqnifikansi = 0,05
z = 1,96
d = Besarnya kekeliruan sampel yang diperkirakan dalam hal ini adalah 10%
p = Besar poplasi klasifikasi
q = 1 - p
N = Besarnya Populasi
n = Besarnya sampel

4) Menentukan Anggota Sampel

Secara umum terdapat dua teknik pengambilan sampel, yaitu: (1) teknik probability, (2) teknik non-probability.

Teknik pengambilan sampel probability adalah teknik yang memberi peluang yang sama kepada seluruh anggota populasi untuk dipilih menjadi anggota sampel. Pengambilan sampel secara acak/random dapat dilakukan dengan bilangan random, komputer, maupun dengan undian. Apabila pengambilan sampel dilakukan dengan undian maka setiap anggota populasi diberi nomor sesuai dengan jumlah populasi. Penarikan sampel dengan cara mencabut satu demi satu nomor yang ada pada kotak undian sampai mencapai jumlah sampel yang telah ditetapkan dengan rumus cohran atau dengan persentase.

Kegiatan . 2

Berkaitan dengan materi teknik pengambilan sampel, anda ditugasi untuk mencari informasi tentang bagaimana cara pengambilan sampel untuk bahan curah dalam bentuk cair dan padat. Diskusikan hasilnya dengan teman kelompok anda, dan presentasikan di depan kelas! Berilah kesempatan teman anda untuk bertanya jika ada yang tidak dipahami.

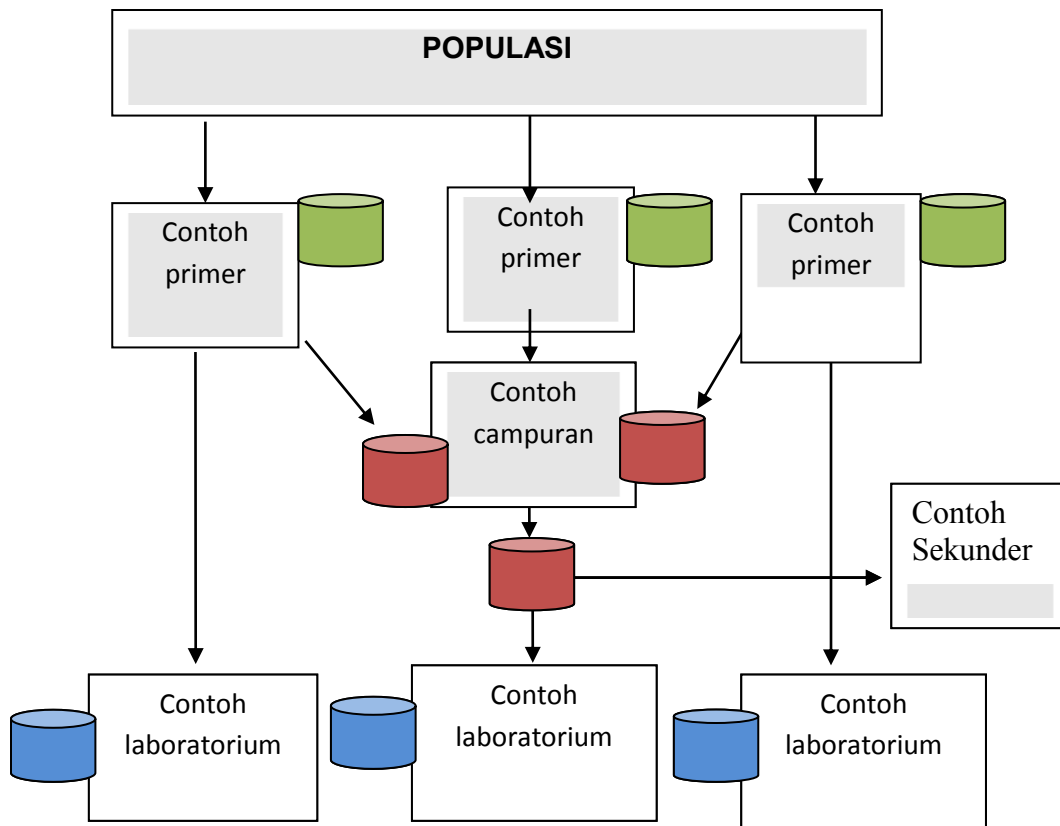
5) Melaksanakan Pengambilan Sampel

(a) Pengambilan Sampel Menurut SNI 0428-1998-A Tentang Petunjuk Pengambilan Sampel Padatan

Petunjuk pengambilan sampel padatan digunakan untuk mendapatkan sampel yang mewakili tanding/lot baik berbentuk curah maupun terkemas. Produk yang berbentuk curah dimaksudkan produk dalam bentuk tepung ataupun butiran. Bentuk terkemas adalah produk yang terkemas dalam kemasan kecil.

Beberapa istilah yang sering digunakan dalam pengambilan sampel padat:

- Tanding / lot : keseluruhan bahan yang diamati (populasi)
- Sampel primer: sampel yang diambil dari tanding (lot)
- Sampel campuran: kumpulan dari sampel-sampel yang diambil dari sampel primer
- Sampel sekunder: sampel yang diambil dari sampel campuran
- Sampel laboratorium adalah: sampel yang dikirim ke laboratorium yang mewakili lot/tanding.
- Kemasan karton : wadah yang mengemas kemasan-kemasan kecil

- Kemasan kecil: Wadah yang mengemas produk langsung dalam jumlah kecil
- Bentuk curah adalah padatan yang berbentuk butiran atau serbuk
- Bentuk terkemas: padatan atau cairan yang terkemas dalam kemasan kecil.

Gambar 11. Alur Pengambilan Sampel

Kegiatan. 3

Amatilah gambar alat pengambilan contoh/sampel yang sudah disediakan dalam lembar pengamatan, gambar manakah yang digunakan untuk mengambil sampel cair, padat, tepung dan lain-lain, tuliskan juga fungsi dan spesifikasi alat tersebut jika ada. Catat hasil pengamatannya dalam lembar pengamatan, dan bandingkan hasil pengamatan anda dan pengamatan teman anda! Catat persamaan dan perbedaannya. Jika hasil pengamatan dikomunikasikan kepada orang lain, apakah orang tersebut memperoleh pemahaman yang sama? Berdasarkan hasil perbandingan tersebut, hal penting apakah yang harus dirumuskan bersama?

Lembar Pengamatan :

1 .

a. Nama alat : ....

b. Fungsi alat : ....

c. Spesifikasi lain : ....

2.

a. Nama alat : ....

b. Fungsi alat : ....

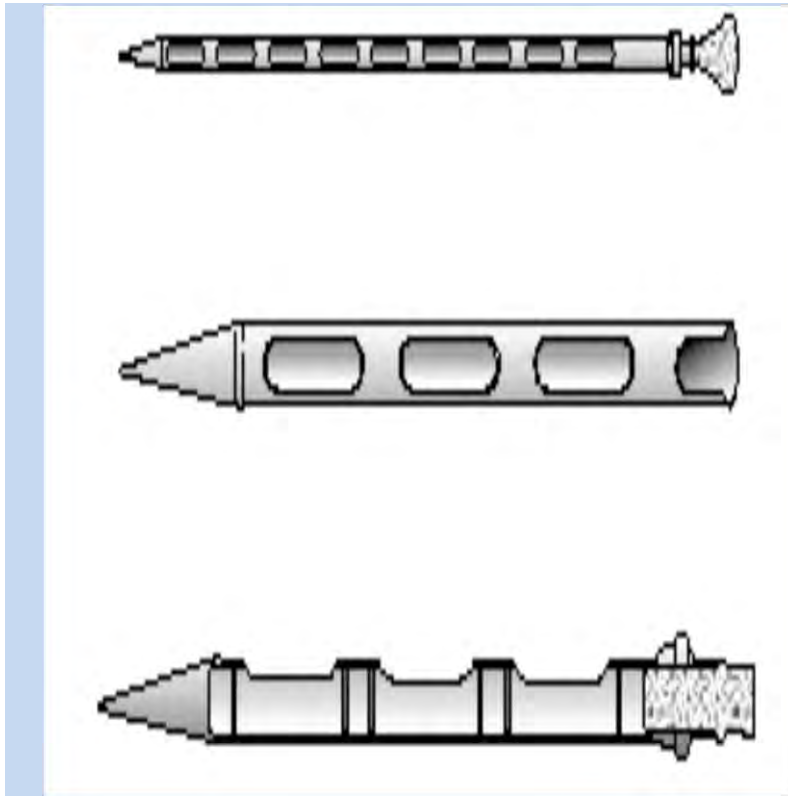
c. Spesifikasi lain : ....

3.

a. Nama Alat : ....

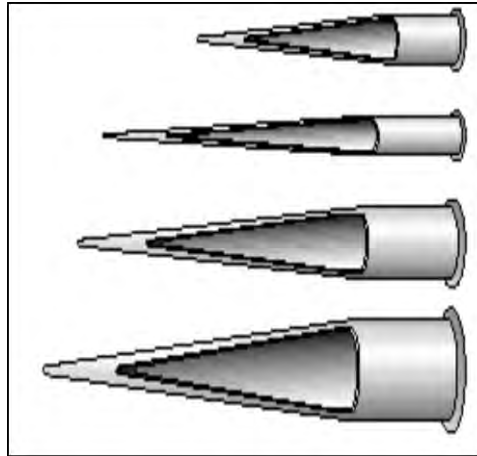
b. Fungsi alat : ....

c. Spesifikasi lain : ....

5.

a. Nama Alat : ....

b. Fungsi alat : ....

c. Spesifikasi lain : ....

6.

a. Nama Alat : ....

b. Fungsi alat : ....

c. Spesifikasi lain : ....

7.

a. Nama Alat : ....

b. Fungsi alat : ....

c. Spesifikasi lain : ....

- **Alat Pengambil sampel**

  Alat pengambil sampel produk/bahan padat dapat berbentuk tombak maupun skop. Alat pengambil sampel harus dibuat dari bahan yang tidak mempengaruhi secara kimia terhadap sampel.

  - Bentuk tombak

    Alat pengambil sampel berupa tombak tunggal maupun tombak ganda. Alat pengambil sampel dengan tombak tunggal biasanya dibuat dengan ujung runcing digunakan untuk mengambil sampel dalam karung goni atau karung polietilen. Alat pengambil sampel tombak ganda terdiri dari lapisan logam yang ukuran satunya lebih kecil dan dapat masuk dalam logam yang lain. Tombak dilengkapi dengan lobang 3 atau 4 buah sepanjang tombak. Pada tombak bagian dalam dilengkapi dengan pegangan yang berbentuk T. Alat ini digunakan untuk mengambil sampel berupa bubuk, butiran kecil dalam karung dengan jalan menusukkan tombak pada karung dan memutar bagian dalamnya.

  - Bentuk Skop

    Beberapa tipe skop yang digunakan untuk mengambil sampel dalam bentuk curah. Jenis dapat berupa skop bergagang panjang dan bergagang pendek. Pengambilan sampel dilaksanakan dengan alat yang bersih dan kering dilaksanakan pada tempat yang terlindung dari hal-hal yang dapat mempengaruhi sampel.

- **Cara Pengambilan Sampel Padat**

  1. **Pengambilan sampel dari lot yang berbentuk curah**

     - Pengambilan sampel produk curah pada alat pengangkut atau lini produksi. Sampel diambil pada waktu bahan atau produk yang

sedang bergerak melalui saluran yang mengangkut bahan atau produk dari ruang produksi ke gudang atau sebaliknya atau dari alat transportasi ke gudang atau sebaliknya. Sampel diambil beberapa kali yang bobotnya sama pada periode yang sama.

- Dalam tumpukan atau gudang
  Sampel diambil berdasarkan jumlah lot dan sesuai dengan jenis uji yang akan dilakukan. Sampel diambil di beberapa tempat dari seluruh lapisan secara acak dengan masing-masing bobotnya kira-kira sama.

2. Pengambilan sampel dari lot yang berbentuk terkemas

- Dalam alat pengangkut atau line produksi
  Sampel diambil dari produk yang sedang bergerak melalui saluran pengangkut produk dari ruang produksi ke gudang atau sebaliknya atau dari alat transportasi kegudang atau sebaliknya. Sampel diambil dari beberapa kemasan pada waktu yang sama.

- Dalam karung atau kemasan karton.
  Sampel-sampel primer diambil dari beberapa karung/karton/pati tergantung pada banyaknya karung/goni/peti. Apabila jumlah lot lebih dari 1000 kemasan, harus dibuat lot dengan ukuran yang sama kemudian diambil dari akar dua jumlah karung/peti, diambil secara acak dengan menggunakan tabel acak.

Apabila jumlah lot kurang dari 100 pengambilan sampel menggunakan tabel 1.

Tabel 1. Jumlah sampel yang harus diambil

Jumlah sampel per lot karung/peti	Jumlah sampel yang diambil karung / peti
Sampai dengan 10 karung / peti	Semua sampel
11-25	5
26-50	7
51-100	10
> 100	Akar pangkat dua dari jumlah sampel

- Dalam kemasan kecil.

  Pengambilan sampel yang dikemas dalam kemasan kecil, jumlah sampel yang diambil menggunakan tabel 2 dan 3.

Tabel 2. Jumlah kemasan kecil yang harus diambil dari jumlah yang ada

Jumlah kemasan kecil	Jumlah kemasan kecil untuk sampel (x)
10.000	200
20.000	250
40.000	300
60.000	350
>100.000	400

Tabel 3. Jumlah kemasan kecil yang diambil untuk setiap karton

Jumlah kemasan kecil dalam karton	Jumlah kemasan kecil yang diambil dari masing-masing karton (y)
> 24	16
12-24	10
< 12	Semua kemasan kecil dalam karton

Penentuan karton yang dibuka dilakukan dengan rumus : x/y dimana x : angka dari tabel 2, dan y adalah dari tabel 3. Pemilihan karton yang dibuka dilakukan secara acak. Dari setiap karton yang dibuka diambil kemasan kecilnya kemudian dikumpulkan sampai diperoleh dua karton.

Kegiatan : 4

Diskusikan: Suatu perusahan mie instan baru menerapkan program pengambilan sampel menurut SNI 0428 1998. Perusahaan tersebut menghasilkan 4000 karton. Setiap karton berisi 40 kemasan kecil yang berada dalam dalam satu lot. Bagaimana pengambilan sampelnya? Gunakan tabel 2 dan tabel 3 untuk menentukan jumlah sampel yang diambil. Diskusikan dengan teman sekelompok anda dan presentasikan hasilnya di depan kelas untuk setiap kelompok. Simpulkan hasilnya dan kumpulkan laporan hasil diskusi tersebut!

(b) Pengambilan Sampel Menurut Codex Alimentarius Sampling Plans For Prepackaged Foods

- **Untuk Kemasan Kecil**

  - Rancangan pengambilan sampel yang dapat digunakan jika tujuannya untuk inspeksi adalah berdasarkan AQL 6,5 dari CODEX (FAO/WHO CODEX)
  - Data-data yang diperlukan:

    a. Ukuran wadah terkecil (*container size*),

    b. *Inspection level*,

    c. *Lot size* (jumlah lot) atau N.

    d. Jumlah sampel yang diperlukan

    e. Kriteria jumlah unit sampel cacat atau *defect* yang dibutuhkan untuk penerimaan/penolakan lot.

    f. Parameter atau atribut inspeksi yang digunakan yaitu berhubungan dengan kualitas atau mutu produk atau klasifikasi *defective* (cacat mutu). Atribut inspeksi adalah atribut yang diperoleh dari hasil pengujian organoleptik dan fisik yang meliputi: ukuran, tekstur, warna cacat, cita-rasa, penampakan dan lain-lain.

a) SAMPLING PLAN I (*Inspection Level I, AQL = 6,5*)

- ***Net weight is equal to or less than 1 kg*** **(2,2lb)**

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
4.800 atau kurang	6	1
4.801- 24.000	13	2
24.001- 48.000	21	3
48.001- 84.000	29	4
84.001- 144.000	48	6
144.001- 240.000	84	9
Lebih dari 240.000	126	13

- ***Net weight is greater 1 kg (2,2lb) but not more than 4,5 kg***

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
2.400 atau kurang	6	1
2.401- 15.000	13	2
15.001- 24.000	21	3
24.001- 42.000	29	4
42.001- 72.000	48	6
72.001- 120.000	84	9
Lebih dari 120.000	126	13

- ***Net weight greater than 4,5 kg***

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
600 atau kurang	6	1
601 - 2.000	13	2
2.001 - 7.200	21	3
7.201- 15.000	29	4
15.001- 24.000	48	6
24.001- 42.000	84	9
Lebih dari 42.000	126	13

b) SAMPLING PLAN II (*Inspection Level II*, AQL = 6,5)

- **Net weight is equal to or less than 1 kg (2,2lb)**

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
4.800 atau kurang	13	2
4.801- 24.000	21	3
24.001- 48.000	29	4
48.001- 84.000	48	6
84.001- 144.000	84	9
144.001- 240.000	126	13
Lebih dari 240.000	200	19

- **Net weight is greater 1 kg (2,2lb) but not more than 4,5 kg (10 lb)**

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
2.400 atau kurang	13	2
2.401- 15.000	21	3
15.001- 24.000	29	4
24.001- 42.000	48	6
42.001- 72.000	84	9
72.001- 120.000	126	13
Lebih dari120.000	200	19

- **Net weight greater than 4,5 kg (10 lb)**

Lot Sise (N)	Sample Size (n)	Acceptance Number (c)
600 atau kurang	13	2
601 - 2.000	21	3
2.001 - 7.200	29	4
7.201- 15.000	48	6
15.001- 24.000	84	9
24.001- 42.000	126	13
Lebih dari 42.000	200	19

Langkah-langkah pengambilan sampel untuk inspeksi

a. Tentukan level inspeksi (*inspection level*) yang cocok, dalam hal ini *inspection level* I untuk pengambilan sampel normal dan *inspection level* II untuk adanya *disputes* (kondisi kritis karena adanya perselisihan sehingga terjadi perdebatan antara produsen dan konsumen), keadaan memaksa atau keperluan untuk mengestimasi lot dengan lebih baik.

b. Tentukan ukuran lot (N) yang merupakan jumlah wadah primer atau unit sampel

c. Tentukan jumlah unit sampel (ukuran size = n) dari lot yang diinspeksi. Gunakan tabel sampling plan I atau sampling II (tergantung *inspection level* yang digunakan). Gunakan data *inspection lot* (I dan II), ukuran wadah dari unit sampel dan jumlah lot (N) untuk menguntungkan n.
d. Tarik sejumlah unit sampel yang diperlukan dari lot secara acak (gunakan tabel bilangan acak dan penandaan yang diperlukan).
e. Periksa unit-unit sampel tersebut sesuai dengan atribut mutu yang distandarkan (misalnya menggunkan *Standar Codex*). Kumpulkan wadah atau unit sampel yang sesuai dan yang gagal untuk memenuhi atribut mutu tersebut
f. Berdasarkan Tabel Sampling Plan (I atau II) tentukan apakah lot diterima yaitu jika cacat (*defectif*) atau wadah yang fails ≤ dengan *acceptance number* (c). Jika jumlah unit sampel yang cacat tersebut lebih besar dari c, maka lot ditolak.

Contoh:

Suatu lot perusahaan terdiri atas 1200 kemasan karton, masing-masing terdiri dari 12 buah wadah berisi makanan tertentu dengan berat per wadah 2,5 lb. Digunakan untuk melakukan sampling dengan *inspection level* I karena produk tersebut tidak dalam perselisihan (tidak ada klaim keluhan, dsb.) dan dari sejarah produk belum pernah ada penyimpanan mutu yang berarti.

- Ukuran lot (N) = 1200 x 12 atau 14.400 unit sampel
- Berat wadah unit sampel = 2,5 lb
- *Inspection level* = I
- Ukuran sampel (n) = 13 (dari tabel *Sampling Plan I*)
- *Acceptance Number* (c) = 2

- Keputusan =
  - ✓ Jika terdapat cacat mutu ≤ 2 unit sampel dari 13 unit sampel yang terpilih, maka lot diterima
  - ✓ Jika ≥ 3 wadah atau unit sampel yang cacat, maka lot ditolak

Jika sampel tersebut dimaksudkan untuk pengujian laboratorium maka :

a. Semua wadah atau unit sampel dikirim ke laboratorium dan diperiksa satu per satu atau wadah dibuka dan isinya dijadikan satu kemudian diaduk hingga homogen selanjutnya diambil sejumlah sampel laboratorium.
b. Sampel laboratorium atau wadah-wadah di atas dikemas sedemikian rupa sehingga selama pengangkutan dan penyimpanan terlindung dari pengaruh benturan dan cuaca (cahaya, hujan, panas dan lain-lain) dan disegel.
c. Sampel diberi label antara lain mencantumkan tanggal dan waktu pengambilan sampel, nama orang/petugas dan badan yang menugaskannya, merek/cap bahan yang diambil sampelnya, simbol petunjuk atau identifikasi dan lain-lain dengan ketentuan yang berlaku.

➢ **Untuk Kemasan Besar**

Proses pengambilan sampel terdiri atas berbagai kegiatan sehingga dari produk yang massal (banyak jumlahnya) memungkinkan seseorang mendapatkan sejumlah kecil produk (atau disebut sampel) yang sedapat mungkin mewakili populasi yang banyak tersebut yanga kan digunakan dalam analisa untuk menentukan karakteristik tertentu dari produk tersebut.

a) Metode Sampling

Sampel primer diambil dan dicampur sehingga diperoleh sampel yang siap untuk dianalisa. Semakin tidak homogen batch atau produk dalam lot yang diambil sampelnya semakin banyak sampel primer yang diambil untuk membuat sampel lebih mewakili keseluruhan populasi. Jumlah sampel pada sampel primer tergantung dari jumlah karung dalam lot.

Tabel 4. Standar FAO (FAO Agricultural Services Bulletin 74, Rome 1989)

Jumlah karung	Cara pengambilan sampel
1-10 karung	Semua karug harus diambil sampelnya
10 -100 karung	10 karung diambil secara acak
Lebih dari 100 karung	√ jumlah karung total

b) Metode pengambilan sampel

Pada gudang penyimpanan karung pengambilan sampel tidak dapat dilakukan dengan mesin. Umumnya pengambilan sampel dilakukan mengambil sebagian isi karung menggunakan alat pengambil sampel yang sesuai. Pengambilan sampel menggunakan alat pengambil sampel lebih cepat karena tidak perlu membuka karung. Sampel diambil dari beberapa bagian karung terpilih. Misalnya:

- Jika *sampling plan* terpilih 10 karung (10 karung dari 100 karung pengiriman), maka paling sedikit 50 gram produk diambil dari karung 100 kg.
- Jika sampel yang dipilih sebagai sampel lebih dari 10 karung pengiriman lebih maka yang diambil kurang dari 50 gram tiap

karung. Total sampel primer yang dikumpulkan tidak boleh kurang dari 500 gram dan jumlah harus mencukupi untuk bahan analisa atau pemeriksaan produk.

Tabel 5. Metode pengambilan sampel

Lot (pengiriman)	Jumlah sampel	Pengambilan sampel
100 karung	10 karung	Diambil 50 gram tiap karung sehinga untuk 50 karung didapatkan sampel 500 gram
> 100 karung	> 10 karung	Diambil minimum 500gram dari seluruh karung sampel

c) Rancangan Penarikan Sampel Berdasarkan *Militery Standard*

Pada mulanya penarikan sampel *militery standard* digunakan oleh militer Amerika Serikat untuk melakukan inspeksi peralatan militer. Peralatan militer yang digunakan dilakukan inspseksi sangat ketat agar terjamin kualitasnya. Karena metode inspeksi ini sangat baik maka diterapkan pada produk makanan oleh FAO melalui Codex Alimentarius Comission (CAC). Pengambilan sampel (*sampling*) standar militer (*militery standard*) dapat digunakaan untuk pemeriksaan atribut mutu: produk akhir, bahan baku, bahan dalam proses, penyimpanan, dan pemeliharaan. Tipe-tipe sampling plan berdasarkan militery standard meliputi: pengambilan sampel tungal (*single sampling*) terdiri dari normal, diperketat dan dikurangi, pengambilan sampel ganda (*doble sampling*) terdiri dari normal, diperketat dan dikurangi dan pengambilan sampel majemuk (*multiple sampling*) terdiri dari normal, diperketat dan dikurangi.

(a) Pengambilan sampel tunggal

- Pengambilan sampel hanya dilakukan satu kali, untuk memutuskan apakah lot diterima atau ditolak. Terdapat persyaratan minimal sampel rusak untuk dapat menerima atau menolak lot.
- Jika jumlah kerusakan (*defect*) ditemukan dalam sampel ≤ angka penerimaan maka lot atau batch dapat diterima
- Jika jumlah kerusakan (*defect*) ditemukan calam sampel ≥ angka penolakan maka lot atau batch dapat ditolak.

(b) Pengambilan sampel ganda

- Pengambilan sampel hanya dilakukan satu atau dua kali, untuk memutuskan apakah lot diterima atau ditolak. Pada sampling pertama dan kedua terdapat persyaratan minimal sampel rusak untuk dapat menerima atau menolak lot.
- Bila sampling pertama tidak cukup baik diterima dan tidak cukup buruk ditolak, lakukan sampling kedua
- Hasil sampling 1 dan 2 digunakan untuk penerimaan atau penolakan lot
- Keuntungan: lot yang baik dan lot yang buruk dideteksi pada sampling pertama dan hanya lot yang mempunyai spesifikasi tertentu yang butuh sampling 2.
- Single sampling normal digunakan saat awal pemeriksaan dan dapat berubah menjadi diperketat atau dikurangi tergantung mutu produk yang dihasilkan

1). Aceptable Quality Level (AQL)

- Merupakan tingkat mutu yang dapat diterima atau didifinisikan sebagai maksimum persen cacat yang diperbolehkan dalam satu lot yang akan diterima sekitar 95% pada waktu tersebut.
- Misalnya sampling plan pada AQL 6,5 artinya akan menerima suatu lot atau produksi dengan cacat 6,5% sebanyak 95% melalui inspeksi pada waktu tersebut.

2). **Tingkat Pemeriksaan**

Tingkat Inspeksi umum (*General Inspection Levels*)

- Terdapat tiga tingkat pemeriksaan yaitu I, II dan III
- Tingkat pemeriksaan I adalah ± setengah jumlah pemeriksaan normal (tingkat pemeriksaan II)
- Tingkat pemeriksaan II adalah pemeriksaan normal
- Tingkat pemeriksaan III adalah ± dua kali pemeriksaan normal

3). Tingkat Inspeksi Khusus (Special Inspection Levels)

- Terdapat 4 tingkat Inspeksi khusus yaitu S-1, S-2, S-3, S-4 diberikan untuk ukuran sampel relatif kecil dan toleransi terhadap resiko tinggi pada penarikan sampel. Sampelnya pada pengambilan sampel mutiara.

4). Tabel yang Digunakan dan Ketentuan dalam Tabel

- *Sample size code letters* (Table 2). Tabel ini digunakan untuk menentukan kode (A-R) berdasarkan jumlah unit dalam satu lot. Penentuan kode ditentukan pula oleh tingkat pemeriksaan yang terbagi menjadi 2 yaitu tingkat

inspeksi umum dan tingkat inspeksi khusus. Pemilihan tingkat inspeksi tergantung dari jenis produk yang diinspeksi.

- *Master table for normal inspection – single sampling* (table II-A) untuk inspeksi normal
- *Master table for tightened inspection – single sampling* (table II-B) untuk inspeksi diperketat
- *Master table for reduced inspection – single sampling* (table II-C) untuk inspeksi dikurangi
- *Master table for normal inspection – double sampling* (table III-A) untuk inspeksi normal
- *Master table for tightened inspection – double sampling* (table III-B) untuk inspeksi diperketat
- *Master table for reduced inspection – double sampling* (table III-C) untuk inspeksi dikurangi

Berdasarkan kode yang diperoleh pada Tabel I dilakukan penentuan sampel yang diinspeksi, *Reject number* (Re) dan *Acceptance number* (Ac) pada Tabel II, III dan IV.

Ketentuan dalam tabel: tanda anak panah vertikal maka gunakan sampling plan di atas atau di bawah anak panah. Huruf kode dan ukuran sampel berubah. Misal: untuk sampling plan tunggal diperketat dengan AQL 6,5 dan huruf kode B maka huruf berubah menjadi A jumlah sampel 2, Ac = 0 dan Re = 1. kode N akan berubah menjadi L dengan jumlah sampel 200 dengan Ac= 21 dan Re = 22.

(c) Prosedur Militery standard MIL-STD 105E

1. Tentukan ukuran lot
2. Pilih tingkat pemeriksaan
3. Tentukan code
4. Tentukan jenis rancangan penarikan sampel (*single, double, multiple*) normal, diperketat dan direduksi
5. Gunakan tabel yang sesuai
6. Pilih AQL
7. Tentukan ukuran sampel
8. Tentuka Ac dan Re
9. Buat keterangan (penjelasan) dari rancangan pengambilan sampel

(d) Ketentuan perubahan jenis pemeriksaan

- Pemeriksaan awal menggunakan normal
- Normal menjadi diperketat jika 2 dari 5 lot yang berurutan telah ditolak pada pemeriksaan awal
- Diperketat menjadi normal jika pada pemeriksaan diperketat 5 lot atau batch berurutan diterima
- Normal menjadi dikurangi jika dalam pemeriksaan normal 10 lot tidak ada yang ditolak. Produksi dalam keadaan baik tidak ada masalah mesin, dan bahan baku.
- Dikurangi menjadi normal jika satu lot atau batch ditolak, pemeriksaan dikurangi menghasilkan kreteria tidak menerima atau tidak menolak lot diterima namun kembali ke pemeriksaan normal dan produksi tertunda atau tidak teratur.

Penggunaan single sampling : normal, diperketat, dikurangi, AQL, ukuran lot dan tingkat pemeriksaan

Contoh 1 :

N=2000, AQL 6,5%, tingkat pemeriksaan III, tentukan sampling plan untuk pengambilan sampel tunggal, pemeriksaan normal, diperketat dan dikurangi

Jawab:

Normal

- Huruf pada ukuran sampel dari N=2000, III adalah L (Tabel I)
- Untuk kode L dan AQL 6,5% normal didapat sampling plan 200, Ac=21 dan Re = 22
- Jadi dari N=2000 diambil secara acak 200 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 21 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 22 maka lot ditolak.

Diperketat / dipertajam

- Huruf pada ukuran sampel dari N=2000, III adalah L (Tabel I)
- Untuk kode L dan AQL 6,5% dioerketat didapat sampling plan 200, Ac=18 dan Re = 19
- Jadi dari N=2000 diambil secara acak 200 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 18 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 19 maka lot ditolak.

Dikurangi/direduksi

- Huruf pada ukuran sampel dari N=2000, III adalah L (Tabel I)
- Untuk kode L dan AQL 6,5% dikurangi didapat sampling plan 80, Ac=10 dan Re = 13
- Jadi dari N=2000 diambil secara acak 80 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 10 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 13 maka lot ditolak dan jika diketemukan cacat 11 dan 12 maka pemeriksaan kembali normal.

Contoh 2 :

Kentang 50.000 buah, syarat pembelian kentang cacat tidak boleh lebih dari 1%. Bagaimana sampling plannya jika menggunakan tingkat pemeriksaan II pengambilan sampel tunggal untuk pemeriksaan normal, diperketat dan dikurangi

Jawab:

Normal

- Huruf pada ukuran sampel dari N=50000, II adalah N (Tabel I)
- Untuk kode N dan AQL 1% normal didapat sampling plan 500, Ac=10 dan Re = 11
- Jadi dari N=50000 diambil secara acak 500 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 10 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 11 maka lot ditolak.

Diperketat / dipertajam

- Huruf pada ukuran sampel dari N= 50000, II adalah N (Tabel I)
- Untuk kode N dan AQL 1% diperketat didapat sampling plan 500, Ac=8 dan Re = 9
- Jadi dari N=50000 diambil secara acak 500 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 8 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 9 maka lot ditolak.

Dikurangi/direduksi

- Huruf pada ukuran sampel dari N=50000, II adalah L (Tabel I)
- Untuk kode L dan AQL 1% dikurangi didapat sampling plan 200, Ac=5 dan Re = 8
- Jadi dari N=50000 diambil secara acak 200 sampel diperiksa bila diketemukan sampel cacat ≤ 5 maka lot diterima dan jika ditemukan sampel cacat ≥ 8 maka lot ditolak dan jika diketemukan cacat 6 dan 7 maka pemeriksaan kembali normal.

(c) Melaksanakan Sampling Padatan

Untuk memperoleh sampel yang benar, harus dipastikan dahulu besarnya lot yang akan disampling, sehingga setiap bagian dari lot memiliki peluang yang sama untuk disampling. Sampel yang diambil sesuai prosedur baku akan mewakili kumpulan besar bahan pangan yang akan dianalisa. Sampel yang mewakili sangat penting, terutama bila akan mendeteksi adanya mikroba patogen atau penyebaran racun pada bahan pangan yang akan diekspor.

Dapat dibayangkan, berapa biaya yang harus dikeluarkan apabila ekspor bahan pangan yang mencapai beberapa kontainer harus dianalisa kandungan bakteri patogennya dari seluruh bahan pangan. Analisa yang dilakukan terhadap seluruh bahan pangan, selain mahal dan lama juga akan menyebabkan kontaminasi dan menghambat proses produksi. Kerugian yang sama juga akan dialami apabila sampel yang akan dianalisa merupakan sampel yang diambil tanpa melalui prosedur pengambilan sampel yang benar sehingga tidak mewakili bahan pangan yang akan diekspor. Pengambilan sampel merupakan bagian dari tahapan analisa mutu untuk mengurangi biaya yang besar, namun masih dapat mewakili kelompok yang lebih besar, sehingga hasil analisa dapat menggambarkan kondisi dari kelompok tersebut.

Prosedur pengambilan sampel bahan pangan harus memperhatikan :

(a) Peralatan yang digunakan harus steril, terutama yang akan digunakan untuk uji mikrobiologis;

(b) Pengambilan sampel dilakukan secara steril sesuai dengan standar operaional prosedur (SOP);

(c) Secara fisik, sampel dapat berbentuk segar, beku, atau hasil olahan. Bobot sampel yang digunakan tergantung dari pengujian yang akan dilakukan. Cara pengujian mikrobiologis, pengambilan sampel dapat dilakukan dengan tiga cara, yaitu : a) cara *swab* (ulas); b) cara *excision* (tusuk), atau c) *rinse technique* (diiris).

a) Cara *swab* (ulas)

Cara ulas digunakan untuk mengambil sampel pada permukaan bahan pangan segar. Kapas (*cotton bud*) steril diusapkan ke permukaan daging dengan luas 25-50 cm^2. Kapas hasil usapan dimasukkan ke dalam wadah yang berisi larutan pengencer. Sampel siap untuk diuji. Pengambilan sampel dengan cara ditusuk

dilakukan apabila bahan pangan dalam keadaan beku. Sampel diambil dengan menggunakan bor khusus (*cork borrer*) yang ditusukkan ke bahan pangan sedalam 2 mm dari permukaan. Dengan menghitung luas permukaan yang diambil dan volume larutan pengencer, maka dapat ditentukan jumlah populasi mikroba per ml.

b) Cara *excision* (tusuk) atau c) *rinse technique* (diiris).

Pengambilan sampel dengan cara ditusuk atau diiris dilakukan apabila bahan pangan yang akan diuji relatif kecil (≤ 2 kg). Sampel ditimbang secara aseptis lalu dimasukkan ke dalam plastik steril dan ditambahkan pengencer steril sebanyak 9 kali bobot sampel. Pengambilan sampel sesuai prosedur harus dilakukan karena: (a) bila sampel tidak mewakili lot hasilnya tidak dapat digunakan untuk menggambarkan seluruh lot; (b) penolakan bahan pangan yang diakibatkan kesalahan pengambilan sampel akan berakibat merugikan perdagangan ekspor; (c) hasil analisa dari sampel yang tidak mewakili lot akan berdampak pada kesehatan apabila yang diuji kandungan bakteri patogen, logam berat, dan residu pestisida; (d) tidak ekonomis bila seluruh lot dianalisis.

Peralatan pengambilan sampel padatan antara lain :

- Sekop
- Bingkai pengambil sampel
- Tabung pengambil sampel
- Botol sampel yang telah ditimbang
- Tombak pengambil sampel (*spear*)
- Pisau fleksibel

- Klep akses
- Botol, wadah plastik dan wadah skali pakai
- Pisau operasi (*scalpel*)
- Wadah steril, pipet, loop (alat inkulasi) dan sendok *disposible*

Pengambilan sampel harus dilakukan secara aseptis agar tidak terjadi pencemaran. Peralatan yang digunakan harus steril. Bahan berbentuk padat dapat diambil dengan menggunakan pisau, garpu, sendok atau penjepit yang sudah disterilisasi terlebih dahulu. Penimbangan sampel dilakukan dengan menggunakan wadah yang telah disterilisasi. Sampel yang telah diambil harus segera dianalisa untuk mengurangi kemungkinan perubahan jumlah mikroba selama waktu penundaan. Untuk bahan yang mudah rusak, seperti daging, ikan, dan susu, analisa sampel sebaiknya segera dilakukan. Apabila dalam waktu 2 – 3 jam setelah diambil tidak dapat segera dianalisa, maka sampel harus disimpan pada suhu 4^oC. Dalam kondisi penyimpanan demikian, sampel tidak boleh disimpan lebih dari 10-12 jam.

Untuk dapat mengambil sampel yang mewakili dapat dilakukan dengan cara melakukan penarikan sampel secara acak. Untuk kegiatan tersebut dapat menggunakan tabel bilangan acak. Cara lainnya adalah dengan melakukan pendekatan berdasarkan stratifikasi. Dengan cara ini, pengambilan sampel secara acak dilakukan dari setiap strata, misalkan dari bagian atas, tengah dan dasar kontainer.

Penarikan sampel secara acak dilakukan untuk memberikan kesempatan yang sama bagi setiap sampel untuk terambil. Pengambilan sampel secara acak dapat dilakukan dengan memberi nomor pada bahan yang akan diuji mencatatnya pada kertas kecil.

Setelah kertas diacak, diambil beberapa lembar untuk dijadikan sampel. Jumlah kertas yang diambil disesuaikan dengan jumlah sampel yang akan dianalisis. Cara ini kurang efektif untuk jumlah lot besar.

Dua kesalahan yang umum dialami dalam pengambilan sampel, yaitu :

a. Orang cenderung mengambil sampel yang paling mudah dijangkau.
b. Sampel sudah ditentukan lebih dahulu, karena pelaku pengambil sampel sudah kenal baik dengan kondisi sampel.

Sampel yang dikumpulkan dari sampel-sampel primer jumlahnya lebih banyak dari yang diperlukan. Jumlah tersebut harus dikurangi untuk mendapatkan sejumlah produk (misal biji-bijian) yang lebih memungkinkan untuk dilakukan pemeriksaan.

Beberapa metode dapat digunakan untuk mengurangi ukuran sampel dan menghasilkan sub sampel yang mewakili, yaitu:

1) *Metode Coning*.

   Semua sampel primer dicampur merata, kemudian dibuat kerucut (cone) atau gunung-gunungan kemudian dipipihkan dan dibelah dua. Diteruskan dengan dibelah empat. Tiap-tiap bagian tersebut merupakan sub sumpel. Proses tersebut dapat diteruskan sehingga mendapatkan sub sumpel yang sesuai. Metode sangat sederhana dan tidak memerlukan peralatan tertentu tetapi memerlukan tempat kerja yang bersih dan cukup luas.

2) *Boarner Divider* (*Pembagi* boarner).

Di dalam peralatan ini terdapat suatu kerucut yang berfungsi untuk membagi sampel. Di bagian dasar kerucut produk akan terperangkap dan akan keluar melalui dua out let. Prosesnya diulang beberapa kali dengan menggunakan bahan yang ditampung dari salah satu out let. Satu kali proses sampel akan terbagi menjadi dua sub sampel.

3) *Pembagi metode Riffle*.

Pembagi model riffle tersusun dari beberapa ruangan yang berhubungan sehingga memungkinkan produk terutama biji-bijian terbagi menjadi dua bagian yang sama. Alat ini biasanya digunakan untuk bijian karena semua alat terlihat dan gampang ditangani.

(d) Pelaksanaan Sampling Berdasarkan SNI 03-7016-2004 Tentang Tata Cara Pengambilan Sampel Dalam Rangka Pemantauan Kualitas Air Pada Suatu Daerah Pengaliran Sungai

1) Pemilihan Lokasi Pengambilan Sampel

(a) Dasar Pertimbangan

Ada tiga dasar yang perlu dipertimbangkan dalam pemilihan lokasi pengambilan sampel.

- Kualitas air sebelum adanya pengaruh kegiatan manusia yaitu pada lokasi hulu sungai yang dimaksudkan untuk mengetahui kualitas air secara alamiah sebagai *base line station*.
- Pengaruh kegiatan manusia terhadap kualitas air dan pengaruhnya untuk pemanfaatan tertentu. Lokasi ini

dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh kegiatan manusia yang disebut *"impact station".*

- Sumber-sumber pencemaran yang dapat memasukkan zat-zat yang berbahaya kedalam sumber air. Lokasi ini dimaksudkan untuk mengetahui sumber penyebaran bahan-bahan yang berbahaya, sehingga dapat ditanggulangi. Letak lokasi dapat di hulu ataupun di hilir sungai, bergantung pada sumber dan jenis zat berbahaya tersebut apakah alamiah ataupun buatan.

(b) Perencanaan lokasi pengambilan sampel

1) Pertimbangan kegunaan data

Tahap pertama dalam perencanaan lokasi pengambilan sampel, adalah mengetahui kegunaan data kualitas air yang akan dipantau:

- Sumber informasi mengenai potensi kualitas air yang tersedia untuk keperluan pengembangan sumber daya air pada saat ini dan masa yang akan datang;
- penyelidikan dan pengkajian pengaruh lingkungan terhadap kualitas air dan pencemaran air;
- sumber data untuk keperluan penelitian;
- perlindungan terhadap pemakai;
- pengawasan terjadinya kasus pencemaran di suatu daerah tertentu;
- pertimbangan beban pencemaran yang dibuang melalui sungai ke laut.

2) Pertimbangan pemanfaatan sumber air

Pemilihan lokasi pengambilan sampel banyak dipengaruhi oleh bermacam-macam kepentingan pemanfaatan sumber air

tersebut. Pemanfaatan sumber air di hilir sungai lebih besar resiko pencemarannya dibandingkan dengan pemanfaatan yang sama di lokasi hulu, sehingga diperlukan pengawasan kualitas air yang lebih intensif di lokasi hilir. Selain itu sumber air yang digunakan sebagai sarana transportasi bahan kimia misalnya untuk pertanian ataupun pengawet kayu mempunyai resiko pencemaran yang lebih besar dari pada sumber air yang tidak digunakan untuk hal-hal tersebut.

3) Pertimbangan sarana pengambilan sampel

Dalam perencanaan lokasi pengambilan sampel perlu diketahui fasilitas bangunan yang telah ada pada sumber air tersebut, yang dapat dimanfaatkan untuk sarana pengambilan sampel. Beberapa sarana berikut dapat dimanfaatkan dalam pengambilan sampel.

- Jembatan. Pengambilan sampel dari jembatan lebih mudah dilaksanakan dan titik pengambilan sampel dapat diidentifikasikan secara pasti.
- Pos pengukur debit air. Pos pengukur debit air biasanya dilengkapi dengan alat pencatat tinggi muka air otomatis ataupun lintasan tali (*cable way*). Sarana tersebut dimanfaatkan untuk membantu pengambilan sampel. Selain itu data debit air dapat pula dimanfaatkan apabila diperlukan.
- Bendung. Pengambilan sampel pada bendung juga sangat menguntungkan karena di lokasi bendung umumnya terdapat pengukur debit serta catatan-catatan lain yang berguna untuk evaluasi kualitas air.

(c) Penentuan lokasi pengambilan sampel

Lokasi pengambilan sampel ditetapkan sedemikian rupa sehingga dapat diketahui kualitas air alamiah dan perubahan kualitas air yang diakibatkan oleh kegiatan manusia. Kualitas air alamiah diukur pada lokasi di hulu sungai yang belum mengalami perubahan oleh kegiatan manusia. Sedangkan perubahan kualitas air dapat diketahui di hilir sungai, setelah melalui suatu daerah permukiman, industri ataupun pertanian. Untuk perlindungan terhadap pemakai sumber air, diperlukan pula lokasi pengukuran pada setiap pemanfaatan sumber air antara lain sumber air minum, industri, perikanan, rekreasi dan lain-lain.

2) Frekuensi Pengambilan Sampel

Faktor yang mempengaruhi frekuensi pengambilan sampel adalah:

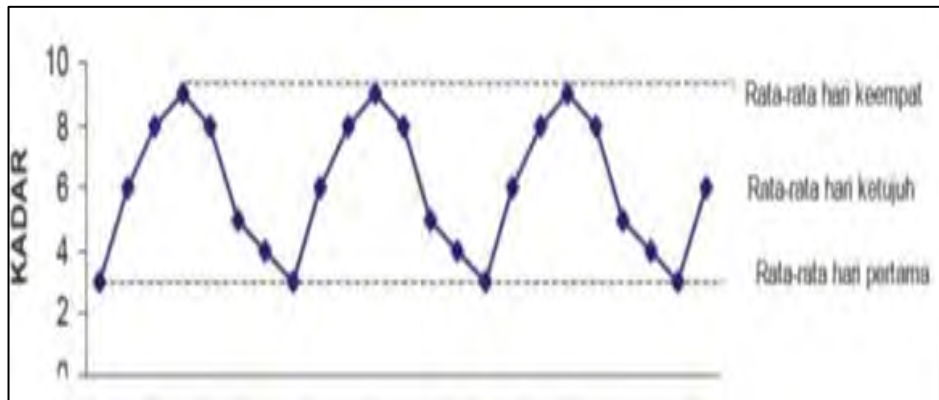
a) Perubahan kualitas air

Perubahan kualitas air disebabkan oleh perubahan kadar unsur yang masuk ke dalam air, kecepatan alir dan volume air. Perubahan tersebut dapat terjadi sesaat ataupun secara teratur dan terus menerus dalam suatu periode waktu. Perubahan sesaat disebabkan oleh suatu kejadian yang tiba-tiba dan seringkali tidak dapat diramalkan. Sebagai sampel turunnya hujan lebat yang tiba-tiba akan menyebabkan bertambahnya debit air yang diikuti oleh terbawanya bahan-bahan pencemaran dari pengikisan di daerah sekitarnya. Tumpahan dan bocoran dari limbah industri atau pertanian dapat pula merubah kualitas air sesaat. Perubahan secara terus menerus setiap tahun dapat terjadi karena turunnya hujan atau turunnya suhu yang beraturan tiap-tiap musim. Perubahan musim akan menyebabkan terjadinya perubahan komposisi air serta kecepatan pembersihan air secara alamiah *(self purification).* Perubahan secara teratur dapat pula terjadi

setiap hari secara alamiah, misalnya perubahan pH, oksigen terlarut, suhu, dan alkalinitas. Kegiatan industri dan pertanian pada suatu daerah dapat pula mempengaruhi kualitas air secara teratur selama periode terjadinya kegiatan pembuangan limbahnya.

b) Waktu pengambilan sampel

Perubahan kualitas air yang terus menerus perlu dipertimbangkan dalam penentuan waktu pengambilan sampel pada sumber air. Sampel perlu diambil pada waktu tertentu dan periode yang tetap sehingga data dapat digunakan untuk mengevaluasi perubahan kualitas air, akan tetapi kualitas air pada saat tersebut tidaklah menggambarkan kualitas air pada saat-saat yang lain. Hal ini terjadi terutama pada kualitas air yang berubah setiap waktu.

Sebagai contoh pada **gambar 9** menunjukkan perubahan kualitas air yang sangat ekstrim selama pengukuran selama tiga minggu. Dari gambar 9, perhitungan nilai rata-rata harian adalah 6,1. Akan tetapi apabila sampel hanya diambil setiap hari keempat, maka nilai rata-rata menjadi 9. Sedangkan bila diambil setiap hari pertama nilai rata-ratanya menjadi 3. Untuk mengetahui kesalahan ini maka frekwensi pengambilan sampel setiap minggu diambil sebanyak dua kali, sehingga diperlukan 6 kali pengambilan dalam periode tiga minggu.

Gambar 12. Contoh Perubahan Kualitas Air pada Pengukuran Selama 3 Minggu

c) Debit air

Kadar dari zat-zat tertentu di dalam air dipengaruhi oleh debit air sungai atau volume sumber air. Selama debit aliran yang kecil dimusim kemarau, frekuensi pengambilan sampel perlu ditingkatkan terutama pada sungai yang menampung limbah industri, domestik dan pertanian. Pengukuran debit air diperlukan pula untuk menghitung jumlah beban pencemaran dan diperlukan pula untuk membandingkan kualitas air pada debit rendah dan debit besar selama periode pemantauan.

Tabel 6. Tempat (titik) Pengambilan Sampel

No	Debit Air Sungai	Titik Pengambilan Sampel
1	< 5 m^3 / detik	Satu titik di tengah pada 0.5 kedalaman
2	5-150 m^3 / detik	Dua titik masing masing pada jarak 1/3, 2/3 lebar sungai pada 0.5 kedalaman
3	> 150 m^3 / detik	Titi-titik masing-masing pada ¼, ½, ¾ lebar sungai pada 0.2 x dan 0.8 x kedalaman dari permukaan.

3) Penetapan Frekuensi Pengambilan Sampel Air

(a) Pengumpulan informasi

Pengumpulan informasi meliputi: a) kondisi-kondisi yang mempengaruhi kualitas air pada suatu lokasi, misalnya sumber pencemaran, titik pemanfaatan dan sebagainya, di samping itu informasi ini juga diperlukan untuk menentukan titik pengambilan sampel air; b) data hasil analisis kualitas air yang ada dimana informasi ini digunakan untuk membantu memperkirakan perubahan kualitas air pada lokasi tersebut.

(b) Penetapan parameter yang diperiksa

Setelah diketahui keperluan dari pemantauan yang akan dilakukan, maka ditetapkan parameter-parameter yang penting untuk diperiksa sesuai dengan pemanfaatan air dan batasan kadar dari parameter-parameter tersebut sesuai standar kualitas air setempat. Hal ini akan mempengaruhi pemanfaatan air pada saat ini dan masa yang akan datang.

(c) Studi pendahuluan

Studi pendahuluan perlu dilakukan untuk mengetahui kadar parameter-parameter dalam air di lokasi yang akan diambil dan juga untuk mengetahui perubahan-perubahan kualitas air yang terjadi. Sebagai perbandingan, studi pendahuluan di sungai dapat dilakukan dengan frekuensi pengambilan sampel sebagai berikut:

- setiap minggu selama satu tahun;
- setiap hari berturut-turut selama 7 hari, diulangi lagi setiap 13 minggu sekali (empat kali selama satu tahun);
- setiap empat jam selama 7 hari berturut-turut, diulangi setiap 13 minggu sekali.
- setiap jam selama 24 jam dan diulangi lagi setiap 13 minggu sekali.

Frekuensi pengambilan sampel seperti tersebut di atas masih dapat berubah disesuaikan fasilitas yang ada. Untuk meringankan beban pekerjaan, jumlah parameter yang dianalisis dapat dikurangi.

Hal-hal yang harus diperhatikan adalah :

1) Penetapan frekuensi pengambilan sampel

   Berdasarkan informasi yang telah dikumpulkan, termasuk data hasil studi pendahuluan, dapat diketahui parameter-parameter yang melebihi batas kriteria yang berlaku serta frekuensi terjadinya. Dengan demikian dapat ditetapkan frekuensi pengambilan sampel yang diperlukan dan pengambilan sampel secara rutin dapat dilaksanakan. Apabila studi pendahuluan belum dilaksanakan atau ditangguhkan maka frekuensi pengambilan sampel (untuk sementara) dapat dilakukan sebagai berikut:

   - untuk sungai, diambil setiap 2 minggu;
   - untuk waduk atau danau, diambil setiap 8 minggu;
   - untuk air tanah, diambil setiap 12 minggu.

   Dalam penentuan frekuensi pengambilan sampel ini perlu juga dipertimbangkan kemampuan analisis dan ketelitian yang diperlukan. Apabila jumlah sampel yang dapat ditangani terbatas, maka lebih baik mengurangi jumlah lokasi dari pada mengurangi frekuensi pengambilan sampel.

2) Evaluasi frekuensi pengambilan sampel air

   Pada setiap akhir tahun harus dilakukan evaluasi dan uji statistik terhadap data yang telah ada dan frekuensi pengambilan sampel juga ikut dievaluasi.

4) Pengambilan sampel

a) Jenis sampel

Di daerah hilir yang telah terkena pencemaran oleh penduduk dan industri perubahan tersebut dapat bersifat harian bahkan jam-jaman. Untuk memperoleh sampel yang mewakili keadaan sesungguhnya dapatlah dipilih tiga jenis sampel: sampel sesaat, sampel gabungan waktu dan sampel gabungan tempat.

(1) Sampel sesaat

Apabila suatu sumber air mempunyai karakteristik yang tidak berubah dalam suatu periode atau dalam batas jarak tertentu maka sampel sesaat cukup mewakili keadaan waktu dan tempat tersebut. Umumnya metode pengambilan sampel sesaat ini dapat dipakai untuk sumber alamiah, tetapi tidak mewakili keadaan air buangan atau sumber air yang banyak dipengaruhi bahan buangan. Apabila suatu sumber air atau air buangan diketahui mempunyai karakteristik yang banyak berubah, maka beberapa sampel sesaat diambil berturut-turut untuk jangka waktu tertentu, dan pemeriksaannya dilakukan sendiri-sendiri tidak seperti pada metode sampel gabungan. Jangka waktu pengambilan sampel tersebut berkisar antara 5 menit sampai 1 jam atau lebih. Umumnya periode pekerjaan pengambilan sampel selama 24 jam. Pemeriksaan beberapa parameter tertentu memerlukan metode sampel sesaat seperti pengukuran suhu, pH, kadar gas terlarut, oksigen terlarut, karbon dioksida, sulfida, sianida dan klorin.

(2) Sampel gabungan waktu

Hasil pemeriksaan sampel gabungan waktu menunjukkan keadaan rata-rata dari tempat tersebut dalam suatu periode. Umumnya pengambilan sampel dilakukan terus-menerus selama 24 jam, akan tetapi dalam beberapa hal dilakukan secara intensif untuk jangka

waktu yang lebih pendek, misalnya hanya selama periode beroperasinya industri atau selama terjadinya proses pembuangan. Metode pengambilan sampel gabungan waktu ini tidak dapat dilakukan untuk pemeriksaan beberapa unsur yang memerlukan pemeriksaan sampel sesaat.

Untuk mendapatkan sampel gabungan waktu perlu diperhatikan agar setiap sampel yang dicampurkan mempunyai volume yang sama. Apabila volume akhir dari suatu sampel gabungan 2 liter sampai 3 liter, maka untuk selang waktu 1 jam selama periode pengambilan sampel 24 jam dibutuhkan volume sampel masing-masing sebanyak 100 sampai dengan 120 mL.

(3) Sampel gabungan tempat

Hasil pemeriksaan sampel gabungan tempat menunjukkan keadaan rata-rata dari suatu daerah atau tempat pemeriksaan. Metode pengambilan sampel gabungan tempat ini berguna apabila diperlukan pemeriksaan kualitas air dari suatu penampang aliran sungai yang dalam atau lebar, atau bagian-bagian penampang tersebut memiliki kualitas yang berbeda. Metode pengambilan sampel gabungan tempat ini umumnya tidak dilakukan untuk pemeriksaan kualitas air danau atau waduk, sebab pada umumnya kualitas air danau/waduk menunjukkan gejala yang berbeda kualitasnya karena kedalaman atau lebarnya. Dalam hal ini selalu digunakan metode pemeriksaan secara terpisah.

b) Cara pengambilan sampel

Pengambilan sampel dapat dilakukan secara manual atau secara otomatis tergantung dari keperluan dan fasilitas yang ada. Masing-masing cara mempunyai kelebihan dan kekurangan dalam pelaksanaannya.

Prosedur pengambilan sampel (khususnya sampel air) haruslah memastikan:

- Sampel yang diambil dapat mewakili sumber daya air yang bersangkutan.
- Terhindar dari kontaminasi sekunder.
- Sifat kimia dan fisik sampel air dipertahankan sampai pada proses analisa.

Cara pengambilan sampel adalah:

1) Cara manual

Pengambilan sampel secara manual mudah diatur waktu dan tempatnya, serta dapat menggunakan bermacam-macam alat sesuai dengan keperluannya. Apabila diperlukan volume sampel yang lebih banyak, sampel dapat diambil lagi dengan mudah. Selain itu biaya pemeliharaan alat dengan cara ini tidak besar bila dibandingkan dengan cara otomatis. Akan tetapi keberhasilan pengambilan sampel secara manual sangat tergantung pada keterampilan petugas yang melaksanakannya. Pengambilan sampel secara manual yang berulang-ulang dapat menyebabkan perbedaan perlakuan yang dapat mengakibatkan perbedaan hasil pemeriksaan kualitas air. Pengambilan sampel secara manual sesuai untuk diterapkan pada pengambilan sampel sesaat pada titik tertentu dan untuk jumlah sampel yang sedikit. Sedangkan untuk pengambilan sampel yang rutin dan berulang-ulang dalam periode waktu yang lama cara manual memerlukan biaya dan tenaga kerja yang besar. Seperti terlihat dalam gambar 10 cara pengambilan sampel air.

Gambar 13. Cara pengambilan sampel air

2) Cara otomatis

Pengambilan sampel cara otomatis sesuai untuk pengambilan sampel gabungan waktu dan sampel yang diambil rutin secara berulang-ulang.

Sampel dapat diambil pada interval waktu yang tepat secara terus-menerus dan secara otomatis dapat dimasukkan ke dalam beberapa botol sampel secara terpisah atau ke dalam satu botol untuk mendapatkan sampel campuran. Pemeriksaan sampel komposit merupakan hasil rata-rata selama periode pengukuran. Dari hasil air komposit yang dicampur tidak dapat diperiksa parameter-parameter seperti: oksigen terlarut, pH, suhu, logam-logam terlarut dan bakteri. Hal ini disebabkan karena parameter-parameter tersebut dapat berubah oleh waktu atau dihasilkan suatu reaksi kimia antara zat-zat tersebut dari sampel-sampel yang berlainan.

Dewasa ini telah banyak peralatan mekanis yang dapat digunakan untuk mengambil sampel cara otomatis yang dirancang sesuai dengan keperluan pemakainya. Beberapa alat pengambil sampel

otomatis dirancang khusus yang dapat digunakan untuk mengetahui perbedaan karakteristik sumber air dan air limbah setiap waktu, debit air setiap waktu, berat jenis cairan dan kadar zat tersuspensi, serta terdapatnya bahan-bahan yang mengapung. Akan tetapi pengambilan sampel secara otomatis memerlukan biaya yang lebih mahal untuk konstruksi alat dan pemeliharaannya, serta memerlukan tenaga operator yang terlatih.

Kegiatan : 5.

Bagilah dalam 3-4 kelompok , lakukan praktikum Pelaksanaan sampling berdasarkan SNI 03-7016-2004. Siapkan alat dan bahan sesuai yang diperlukan. Ikuti langkah kerjanya sesuai prosedur. Catat data hasil pengamtannya, dan diskusikan dengan teman sekelompok. Kemudian presentasikan di depan kelas setiap kelompok dan simpulkan hasilnya. Buatlah laporannya dan dikumpulkan.

Metode : SNI 03-7016-2004 tentang tata cara pengambilan sampel dalam rangka pemantauan kualitas air pada suatu daerah pengaliran sungai

Prinsip:

Mengambil sampel pada aliran sungai untuk tujuan pemantauan kualitas air yang meliputi pemilihan lokasi pengambilan sampel, frekuensi pengambilan sampel dan teknik pengambilan sampel,

Alat:

- Meteran
- Stopwatch
- Termometer
- Kertas pH
- Ice Box
- Gelas ukur
- Tali plastik / rafia

Bahan:

- Wadah sampel tertutup 100 ml 7 buah
- Drigen 5 L 1 buah
- Es batu 3 kg
- H_2SO_4 0,5 N 100 ml
- Asam nitrat 0,5 N 100 ml
- Kertas Label besar
- Lem aibon
- Alat tulis

Cara kerja

1. Siapkan peralatan dan bahan untuk penambilan sampel air sungai
2. Tentukan debit air sungai dalam m 3 / detik
3. Tentukan lokasi pengambilan sampel misal :
   - Sumber air alamiah lokasi yang belum terjadi atau sedikit terjadi pencemaran
   - Lokasi pada tempat yang telah mengalami perubahan di hilir sumber pencemar
   - Sumber air yang dimanfaatkan (lokasi pemanfaatan sumber air)
4. Tentukan titik pengambilan sampel, gunakan pendekatan debit air sungai

No	Debit air sungai	Titik pengambilan sampel
1	< 5 m^3 / detik	Satu titik di tengah pada 0.5 kedalaman
2	5-150 m^3 / detik	Dua titik masing masing pada jarak 1/3, 2/3 lebar sungai pada 0.5 kedalaman
3	> 150 m^3 / detik	Titi-titik masing-masing pada ¼, ½, ¾ lebar sungai pada 0.2 x dan 0.8 x kedalaman dari permukaan.

5. Lakukan pembilasan alat yang akan digunakan untuk pengambilan sampel sebanyak 3 kali
6. Lakukan pengambilan sampel untuk tujuan pemeriksaan sifat kimia air sekitar 2 L : COD, kalsium, karbon organik total, logam total, amonia-N, Nitrat-N.

   Interfal waktu pengambilan :
   - Sungai atau saluran yang tercemar berat setiap dua minggu sekali selama setahun
   - Tercemar ringan sampai sedang setiap sebulan sekali selama setahun
   - Belum tercemar setiap tiga bulan sekali selama setahun.

   Apabila sampel diambil beberapa titik maka volume sampel yang diambil dari satu titik harus sama.

e. Mengelola Sampel Di Laboratorium

- **Mengelola sampel dan menyiapkan sampel untuk analisis menurut SNI 03-7016-2004**

1) Pemeriksaan kualitas air di lapangan

Parameter yang dapat berubah dengan cepat dan tidak dapat diawetkan, maka pemeriksaannya harus dikerjakan di lapangan. Parameter tersebut antara lain adalah suhu, pH, alkaliniti, asiditi, oksigen terlarut dan penetapan gas lainnya. Penetapan gas tersebut seperti oksigen dan karbon dioksida, pemeriksaannya dapat ditangguhkan dalam waktu beberapa jam apabila sampel disimpan dalam botol yang terisi penuh. Pemeriksaan parameter lapangan biasanya dilakukan dengan peralatan lapangan yang telah dipersiapkan sebelumnya. Perlu diperhatikan agar peralatan yang dipergunakan di lapangan terlebih dahulu dikalibrasi dan ketelitian

alat cukup memenuhi keperluannya. Selain itu juga diperlukan persiapan pereaksi, larutan standar dan alat-alat gelas secukupnya.

2) Perlakuan pendahuluan sampel

Perlakuan pendahuluan yang dilakukan terhadap sampel antara lain adalah penyaringan dan ekstraksi.

a. Penyaringan

Penyaringan sampel diperlukan untuk pemeriksaan logam terlarut, silika dan fosfor terlarut. Penyaringan dilakukan dengan melewatkan sampel melalui kertas saring yang ukuran porinya 0,45 µm. Untuk mempercepat proses penyaringan dapat digunakan pompa isap.

b. Ekstraksi

Ekstraksi sampel diperlukan untuk pemeriksaan pestisida serta minyak dan lemak. Ekstraksi dilakukan dengan cara memasukkan sampel yang telah diukur volumenya kedalam labu pemisah. Kemudian ditambahkan larutan pengekstrak dengan volume tertentu. Kocok labu pemisah beberapa saat sampai terbentuk dua lapisan yang terlihat nyata. Pisahkan zat yang terekstrak ke dalam tempat khusus dan ditutup rapat untuk pemeriksaan selanjutnya.

3) Pengawetan sampel

Pemeriksaan kualitas air sebaiknya dilakukan segera setelah pengambilan sampel. Hal ini disebabkan karena dalam waktu yang relatif singkat selama penyimpanan mulai berlangsung perubahan-perubahan yang dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor. Reaksi-reaksi berikut merupakan faktor yang dapat mempengaruhi kadar suatu zat selama penyimpanan.

Terjadinya perubahan sampel dapat disebabkan oleh :

a. Reaksi secara biologi

Aktifitas metabolisme dari mikroorganisme antara lain dapat mengubah kadar nitrat, nitrit, ammonia, N-organik, fosfat organik dan menurunkan kadar fenol serta indikator zat organic dan nilai permanganat. Selain dari pada itu aktifitas mikroorganisme dapat mereduksi sulfat menjadi sulfida.

b. Reaksi secara kimia

Terjadinya reaksi kimia dalam air dapat menyebabkan bahan-bahan polimer menjadi depolimer dan sebaliknya, serta terjadinya reaksi oksidasi dan reduksi. Selain itu perubahan kadar gas terlarut dalam air dapat pula merubah pH dan alkaliniti, sulfida, sulfit, ferro, sianida, dan iodida dapat hilang karena oksidasi. Kromium valensi 6 dapat direduksi menjadi valensi 3.

c. Reaksi secara fisika

Terjadinya reaksi fisika dapat menyebabkan penyerapan koloid, zat-zat terlarut, atau zat-zat tersuspensi oleh permukaan tempat wadah sampel. Penyimpanan air di dalam botol gelas dalam waktu yang cukup lama dapat menyebabkan terjadinya penggerusan natrium, silica dan boron. Selain itu dapat pula terjadi penggumpalan zat-zat koloid yang diserap oleh sedimen.

4) Cara pengawetan sampel

Apabila pemeriksaan air tidak dapat dilakukan segera setelah pengambilan sampel dan akan ditangguhkan maka cara yang terbaik adalah dengan mendinginkan sampel pada suhu 4^{o}C. Apabila hal ini

tidak mungkin dilakukan, maka dapat digunakan zat pengawet tertentu dengan syarat zat tersebut tidak mengganggu atau mengubah kadar zat yang diperiksa. Salah satu tujuan pengawetan ialah untuk memperlambat perubahan komposisi kimia kualitas air. Penambahan bahan kimia sebagai bahan pengawet dapat menyebabkan sampel tersebut tidak sesuai lagi untuk penetapan parameter tertentu. Metode pengawetan dapat diklasifikasikan menjadi tiga macam seperti dijelaskan berikut ini.

a. Pendinginan

Metode pengawetan dengan cara pendinginan dilakukan dengan menyimpan sampel pada suhu kurang lebih 4^{o}C dan lebih baik lagi ditempat gelap. Perlakuan ini dimaksudkan untuk memperlambat aktifitas biologi dan mengurangi kecepatan reaksi secara kimia dan fisika. Keuntungan metode ini adalah tidak mengganggu unsur-unsur yang ditetapkan. Bila pendinginan tidak mungkin dilakukan pada suhu 4 ^{o}C maka botol sampel dapat disimpan dalam bongkahan-bongkahan es.

b. Pengawetan secara kimia

Pengawetan secara kimia dapat dilakukan dengan beberapa metode.

- Pengasaman. Pengawetan sampel dengan penambahan asam sampai pH lebih kecil atau sama dengan 2, biasanya dilakukan untuk pengawetan logam terlarut dan logam total sehingga pemeriksaannya dapat ditunda selama beberapa minggu. Khusus untuk logam merkuri waktu penyimpanan paling lama 7 hari dan bila perlu disimpan lebih lama lagi harus ditambahkan bahan pengoksidasi biasanya $KMnO_4$ atau $K_2Cr_2O_7$. Pengasaman menjadi pH $\leq$ 2 juga dapat menghalangi aktifitas biologi,

sehingga dapat digunakan untuk pemeriksaan unsur-unsur yang dapat mengalami perubahan secara biologi.

- Biosida. Pengawetan sampel dengan penambahan biosida akan menghalangi aktifitas biologi. Salah satu bahan biosida yang umum digunakan ialah larutan $HgCl_2$ dimana konsentrasi $HgCl_2$ dalam sampel sekitar 20-40 mg/L. Penggunaan bahan ini harus hati-hati bila dalam laboratorium yang sama dilakukan pengukuran kadar merkuri dalam konsentrasi rendah karena dapat terkontaminasi oleh $HgCl_2$.
- Keadaan khusus

  Penetapan unsur-unsur tertentu memerlukan perlakuan yang tersendiri. Sebagai sampel untuk pengawetan sianida ditambahkan larutan NaOH sehingga pH menjadi 10-11.

c. Pengaturan waktu

Dengan cara pengaturan waktu dapat dihindari kesalahan pemeriksaan yang disebabkan oleh perubahan unsur selama penyimpanan. Batas waktu pemeriksaan tidak boleh melebihi batas waktu maksimum penyimpanan agar tidak terjadi perubahan unsur yang tidak dikehendaki.

5) Penyimpanan sampel

Jenis penyimpanan yang dapat dipakai untuk menyimpan sampel dapat dibuat dari bahan gelas atau bahan plastik. Persyaratan kedua wadah tersebut harus dapat ditutup dengan kuat dan rapat untuk menghindari hal-hal yang tidak diinginkan. Masing-masing wadah mempunyai kelebihan serta kekurangan. Keuntungan pemakaian wadah gelas antara lain adalah: mudah mencucinya, mengecek keadaannya serta mensterilisasikannya. Sedang kekurangannya adalah

mudah pecah selama pengangkutan. Pemakaian wadah dari plastik tidak mudah pecah dan tahan terhadap pembekuan, akan tetapi sulit membersihkannya. Ada tiga hal yang perlu dipertimbangkan dalam pemilihan tempat wadah sampel yaitu:

- penyerapan zat-zat kimia dari bahan wadah oleh sampel, misalnya bahan organik dari plastik, natrium, boron dan silika dari gelas;
- penyerapan zat-zat kimia dari sampel oleh wadah, misalnya penyerapan logam-logam oleh gelas atau bahan-bahan organik oleh plastik;
- terjadinya reaksi langsung antara sampel dengan wadah, misalnya fluorida dengan gelas.

6) Pengangkutan sampel

a. Pengepakan dan pengangkutan sampel

Tiap-tiap sampel yang telah dimasukkan kedalam wadah sebelum diangkut ke laboratorium harus diberi label terlebih dahulu untuk menghindari tertukarnya sampel. Pada tiap-tiap label masing-masing dicantumkan lokasi pengambilan sampel, tanggal, jam, pengawet yang ditambahkan serta petugas yang mengambil sampel. Label tersebut kemudian ditempelkan pada tiap-tiap wadah dan diusahakan agar label tersebut tidak rusak atau hilang selama pengangkutan. Botol-botol sampel ditutup rapat dan dimasukkan ke dalam kotak yang telah dirancang khusus sehingga sampel tidak pecah atau tumpah selama pengangkutan dari lapangan ke laboratorium.

b. Label sampel dan catatan lapangan

Petugas pengambil sampel harus mempunyai label yang berisi keterangan sebagai berikut :lokasi, tanggal dan waktu nomor dan

jenis sampel, suhu air dan udara, tinggi muka air atau debit, keadaan cuaca, keadaan fisik sumber air, keadaan lingkungan lokasi pengambilan sampel, hasil pemeriksaan di lapangan dan nama petugas.

3. Refleksi

PETUNJUK :

1. Tuliskan nama dan KD yang telah anda selesaikan pada lembar tersendiri
2. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
3. Kumpulkan hasil refleksi pada guru anda

1. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

   ....
   ....
   ....

2. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja.

   ....
   ....
   ....

3. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

   ....
   ....
   ....

4. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

....
....
....

5. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

....

....

....

4. Tugas /Lembar Kerja

Mengelola dan menyiapkan sampel untuk analisis menurut SNI 03-7016-2004

- **Alat dan Bahan**

Alat:

- Meteran
- Stopwatch
- Termometer
- Kertas pH
- Ice Box
- Gelas ukur
- Tali plastik / rafia

Bahan:

- Wadah sampel tertutup 100 ml 7 buah
- Drigen 5 L 1 buah
- Es batu 3 kg
- H_2SO_4 0,5 N 100 ml
- Asam nitrat 0,5 N 100 ml
- Kertas Label besar
- Lem aibon
- Alat tulis

Cara kerja

1. Lakukan perlakuan pendahuluan terhadap sampel dengan cara penyaringan untuk pemeriksaan logam dan ekstraksi untuk pemeriksaan pestisida. Penyaringan dilakukan dengan melewatkan sampel melalui kertas saring yang ukuran porinya 0,45 μm. Ekstraksi dilakukan dengan cara memasukkan sampel yang telah diukur volumenya kedalam labu pemisah. Kemudian ditambahkan larutan pengekstrak dengan volume

tertentu. Kocok labu pemisah beberapa saat sampai terbentuk dua lapisan yang terlihat nyata. Pisahkan zat yang terekstrak ke dalam tempat khusus dan ditutup rapat untuk pemeriksaan selanjutnya.

2. Lakukan pengawetan sampel. Apabila pemeriksaan air tidak dapat dilakukan segera setelah pengambilan sampel maka cara yang terbaik adalah dengan mendinginkan sampel pada suhu 4^oC. Apabila hal ini tidak mungkin dilakukan, maka dapat digunakan zat pengawet tertentu dengan syarat zat tersebut tidak mengganggu atau mengubah kadar zat yang diperiksa.
3. Pengawetan sampel dengan penambahan asam sampai pH lebih kecil atau sama.
4. Biasanya dilakukan untuk pengawetan logam terlarut dan logam total sehingga pemeriksaannya dapat ditunda selama beberapa minggu. Khusus untuk logam merkuri waktu penyimpanan paling lama 7 hari dan bila perlu disimpan lebih lama lagi harus ditambahkan bahan pengoksidasi biasanya $KMnO_4$ atau $K_2Cr_2O_7$.

No	Pengujian	Pengawetan sampel
1	Kalsium	100 ml di tambahkan HNO_3 sampai pH 2
2	COD	100 ml di tambahkan H_2SO_4 ampai pH 2
3	Karbon Organik	100 ml di tambahkan H_2SO_4 ampai pH 2 dan didinginkan
4	Nitrat-N.	100 ml di tambahkan H_2SO_4 sampai pH 2
5	Logam total	250 ml ml di tambahkan HNO_3 sampai pH 2

5. Pengawetan sampel dengan penambahan biosida akan menghalangi aktifitas biologi. Salah satu bahan biosida yang umum digunakan ialah larutan $HgCl_2$ dimana konsentrasi $HgCl_2$ dalam sampel sekitar 20-40 mg/L. Penggunaan bahan ini harus hati-hati bila dalam laboratorium yang sama

dilakukan pengukuran kadar merkuri dalam konsentrasi rendah karena dapat terkontaminasi oleh $HgCl_2$.

6. Lakukan penyimpanan sampel pada tempat gelas atau plastik. Keuntungan pemakaian wadah gelas antara lain adalah: mudah mencucinya, mengecek keadaannya serta mensterilisasikannya. Sedang kekurangannya adalah mudah pecah selama pengangkutan.
7. Lakukan pengangkutan sampel. Tiap-tiap sampel yang telah dimasukkan kedalam wadah sebelum diangkut kelaboratorium harus diberi label terlebih dahulu untuk menghindari tertukarnya sampel. Pada tiap-tiap label masing-masing dicantumkan lokasi pengambilan sampel, tanggal, jam, pengawet yang ditambahkan serta petugas yang mengambil sampel. Label tersebut kemudian ditempelkan pada tiap-tiap wadah dan diusahakan agar label tersebut tidak rusak atau hilang selama pengangkutan. Botol-botol sampel ditutup rapat dan dimasukkan ke dalam kotak yang telah dirancang khusus sehingga sampel tidak pecah atau tumpah selama pengangkutan dari lapangan ke laboratorium.
8. Beri label yang berisi keterangan sebagai berikut:lokasi, tanggal dan waktu nomor dan jenis sampel, suhu air dan udara, tinggi muka air atau debit, keadaan cuaca, keadaan fisik sumber air, keadaan lingkungan lokasi pengambilan sampel, hasil pemeriksaan di lapangan dan nama petugas.
9. Untuk tujuan pengujian mikrobiologis kirim sampel ke laboratorium secepat mungkin tidak boleh lebih dari 24 jam setelah pengambilan sampel. Suhu selama transportasi adalah 4^{o}C pengujian mikrobiologis.

Kegiatan : 6

1. Setelah melakukan praktikum bandingkan data hasil pengamatan kelompok anda dengan data hasil pengamatan kelompok yang lain! Catat persamaan dan perbedaanya. Jika data hasil pengamatan dikomunikasikan kepada orang lain, apakah orang lain tersebut memperoleh pemahaman yang sama? Berikan kesesempatan teman anda untuk menanya. Diskusikan dengan teman kelompok anda!
2. Semua data yang telah diperoleh dari hasil praktikum, presentasikan masing-masing kelompok di depan kelas.
3. Tahap akhir yang perlu Anda lakukan adalah membuat kesimpulan dari data – data yang telah diperoleh, lalu menarik suatu hubungan antara data – data tersebut kemudian mencocokkan dengan data – data yang relevan *(hasil verifikasi)* atau bandingkan data hasil perhitungannya dengan data standar
4. Buatlah laporan yang berkaitan dengan hasil praktikum pengambilan sampel dari beberapa lokasi dengan menggunakan beberapa metode.

5. Tes Formatif

1) Jelaskan kreteria petugas pengambil contoh (PPC) yang profesional!
2) Jelaskan perbedaan sampel/contoh dan populasi!
3) Jelaskan macam-macam populasi dan sampel!
4) Jelaskan tahapan-tahapan dalam pengambilan sampel untuk pengujian laboratorium!
5) Jelaskan faktor-faktor yang dapat mempengaruhi kadar suatu zat selama penyimpanan atau pengawetan sampel.

C. PENILAIAN

1. Sikap

Skala penilaian sikap dibuat dengan rentang antara 1 s.d 4.

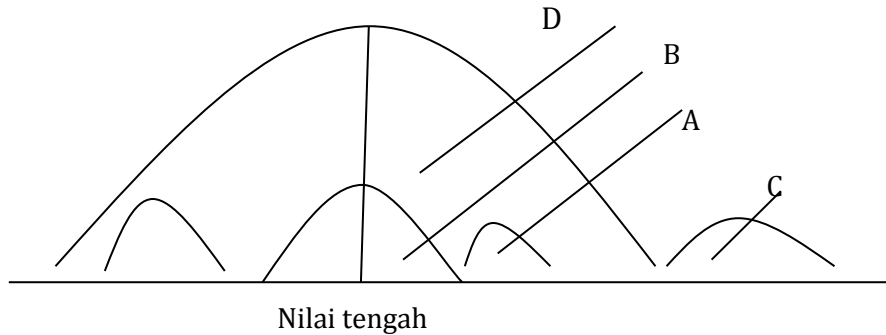
1 = BT (belum tampak) *jika* sama sekali tidak menunjukkan usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas
2 = MT (mulai tampak) *jika* menunjukkan sudah ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas tetapi masih sedikit dan belum ajeg/konsisten
3 = MB (mulai berkembang) *jika* menunjukkan ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas yang cukup sering dan mulai ajeg/konsisten
4 = MK (membudaya) *jika* menunjukkan adanya usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas secara terus-menerus dan ajeg/konsisten

No.	Sikap	Religius				Disiplin				Tanggug jawab				Peduli				Responsif				Teliti				Jujur				Santun			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Mengamati																																
2	Menanya																																
3	Mengeksplorasi																																
4	Mengasosiasi																																
5	Mengkomunikasikan																																

2. Pengetahuan

1. Petugas Pengambil Contoh (PPC) harus mempunyai visi dalam melakukan teknik pengambilan contoh maksudnya adalah :
   A. Membuat perencanaan jangka panjang (tiga tahun) dan perencanaan tahunan dalam perencanaan pengambilan contoh
   B. Melakukan teknik pengambilan contoh secara bijaksana sesuai dengan kondisi lingkungan nyata dilapangan
   C. Melakukan teknik pengambilan contoh sesuai dengan kaidah (standar) yang berlaku dan dilaksanakan secara benar
   D. Melakukan teknik pengambilan contoh dengan sikap yang teliti dan cermat
   E. Memiliki ilmu yang cukup agar dapat mengambil contoh dengan benar

2. Proses pengambilan contoh yang dilakukan dalam rangka produk tersebut mendapatkan logo SNI berarti tujuan pengambilan contoh bertujuan untuk :
   A. Memperoleh sertifikat mutu yang dilakukan oleh laboratorium pengujian.
   B. Memperoleh sertifikasi produk oleh lembaga sertifikasi produk (LSPro)
   C. Memperoleh sertifikasi sistem mutu manajemen oleh lembaga sertifikaasi sistem mutu (LSSM)
   D. Memperoleh sertifikasi HACCP oleh lembaga sertifikasi sistem Hazard Critical Control Point (LSSHACCP)
   E. Memperoleh sertifikat inspeksi dari lembaga inspeksi

3. Berdasarkan gambar populasi dan contoh berikut tersebut A, B, C, dan D adalah:

A. Contoh benar, contoh palsu, contoh bias, populasi
B. Contoh benar, contoh bias, contoh palsu, populasi
C. Contoh palsu, contoh bias, contoh benar, populasi,
D. Contoh bias, contoh benar, contoh palsu, populasi
E. Contoh bias, contoh palsu, contoh benar, populasi

4. Seorang Petugas Pengambil Contoh sebelum berangkat menuju lokasi pengambilan contoh harus melakukan persiapan **<u>utama</u>** yaitu:
A. Menyiapkan surat perjalanan.
B. Merencanakan transportasi kelokasi
C. Membuat perancangan pengambilan contoh
D. Mempersiapkan pengamanan contoh
E. Menyiapkan proses pengujian

5. Contoh yang diambil dari cohtoh campuran disebut dengan:
A. Contoh primer
B. Contoh campuran
C. Contoh sekunder
D. Contoh tersier
E. Contoh analisa

6. Populasi berbentuk gudang beras dalam karung berjumlah 64 karung, maka jumlah karung yang diambil contohnya menurut SNI 0428 1998 sehingga diperoleh contoh seberat minimal 500 gram sebanyak:
   A. 3 karung
   B. 5 karung
   C. 8 karung
   D. 10 karung
   E. 12 karung

7. Perlakuan pendahuluan terhadap contoh air sungai untuk pemeriksaan logam terlaurut adalah:
   A. Pengasaman sampai dengan pH ≤ 2 dengan menggunakan HCl
   B. Penyaringan dengan kertas saring yang ukuran porinya 0,45 µm.
   C. Ekstraksi menggunakan labu pemisah dengan menambahkan larutan pengekstrak .
   D. Segera dilakukan pendinginan pada suhu di bawah 0 ^{o}C
   E. Pengasaman sampai dengan pH ≤ 2 dengan menggunakan $KMnO_4$

8. Penyimpanan contoh air sungai untuk tujuan pemeriksaan kualitas dapat dilakukan dengan wadah yang terbuat dari
   A. Kantong plastik
   B. Botol logam
   C. Botol gelas
   D. Kantong stain less stell
   E. Erlenmeyer

3. Keterampilan

NO	ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
		1	2	3
1.	Menyiapkan alat untuk praktikum			
2.	Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum			
3.	Memilih metode analisis sesuai setandar			
4.	Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa			
5.	Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur			
6.	Melakukan pengamatan saat praktikum berlangsung			
7.	Melakukan pencatatan data			
8.	Menghitung/mengolah data hasil pengamatan			
9.	Membuat laporan hasil praktum			
10.	Membersihkan lingkungan praktikum			

Rubrik :

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
Menyiapkan alat untuk praktikum	Alat tidak disiapkan	Alat disiapkan tidak sesuai dengan diperlukan	Alat disiapkan sesuai dengan yang diperlukan
Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum	Bahan yang digunakan tidak lengkap	Bahan yang digunakan lengkap tapi ada yang tidak dibutuhkan	Bahan yang digunakan lengkap dan sesuai dengan yang dibutuhkan
Memilih metode analisis sesuai standar	Pemilihan metode analisis tidak sesuai dengan jenis	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan tidak sesuai	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan standar yang

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
	bahan dan tidak sesuai standar yang ditentukan	standar yang ditentukan	ditentukan
Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa	Tidak melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis belum optimal	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis dengan optimal
Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur	Langkah kerja tidak sesuai prosedur	Sebagian langkah kerja ada yang salah	Semua langkah kerja benar dan sesuai prosesur
Melakukan pengamatan saat praktikum berlangsung	Pengamtan tidak cermat	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi
Melakukan pencatatan data pengamatan	Data pengamatan tidak dicatat	Data pengamatan dicatat tetapi ada kesalahan	Data pengamtan dicatat dengan lengkap
Menghitung/ mengolah data hasil pengamatan	Perhitungan data hasil pengamatan salah	Perhitungan data hasil pengamatan benar tetapi tidak sesuai dengan rumus	Perhitungan data hasil pengamatan benar dan lengkap sesuai rumus
Membuat laporan hasil praktikum	Laporan hasil praktikum tidak dibuat	Laporan hasil praktikum rapi dan tidak lengkap	Laporan hasil praktikum rapi dan lengkap
Membersihkan lingkungan tempat praktikum	Lingkungan tempat praktikum tidak dibersihkan	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan dan tidak rapi	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan dengan rapi.

Kegiatan Pembelajaran 2. Analisis Kadar Air

A. Deskripsi

Analisis kadar air merupakan salah satu kompetensi dasar dari mata pelajaran kimia analitik terapan. Kompetensi dasar ini bertujuan untuk memantapkan pemahaman fakta, konsep, prinsip dan prosedur serta metakognitif mengenai analisis kadar air dalam suatu bahan tertentu secara aplikatif. Pembelajaran ini meliputi teknik dasar, prinsip, alat dan bahan yang digunakan, metoda analisis, prosedur analisis, perhitungan hasil analisis dan teknik laporan hasil analisis kadar air. Pelaksanaannya meliputi langkah-langkah pembelajaran mengamati, menanya, mengeksplorasi keterampilan proses dalam bentuk eksperimen, mengasosiasi, dan mengkomunikasikan hasil pengamatan, kesimpulan berdasarkan hasil analisis secara lisan, tertulis, atau media lainnya. Media yang digunakan meliputi alat dan bahan praktikum serta in focus. Penguasaan materi dievaluasi/dinilai melalui sikap, pengetahuan dan keterampilan.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

Setelah mempelajari materi ini perserta didik mampu :

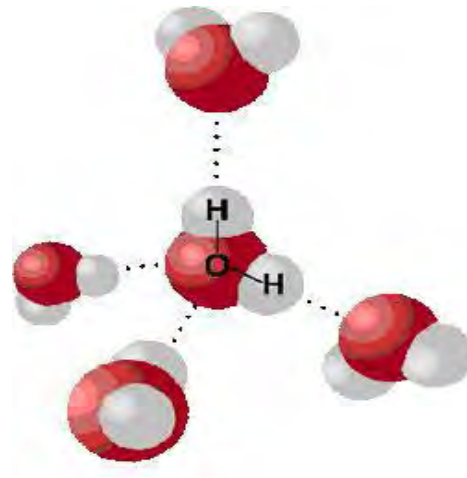
a. Memahami teknik penentuan kadar air dalam bahan melalui eksperimen.
b. Melaksanakan analisis penentuan kadar air dalam suatu bahan melalui eksperimen.

2. Uraian Materi

a. Air dalam Bahan

Air adalah zat atau materi atau unsur yang penting bagi semua bentuk kehidupan yang diketahui sampai saat ini di bumi, tetapi tidak di planet

lain. Air menutupi hampir 71% permukaan bumi. Air diperlukan untuk kelangsungan proses biokimiawi organisme hidup, sehingga sangat essensial.

Struktur molekul air disusun oleh sebuah atom oksigen yang berikatan secara kovalen dengan 2 atom hidrogen. Atom O mempunyai muatan negatif dan atom H mempunyai muatan positif menjadikan air bersifat seperti magnet yang mempunyai dua kutub. Kondisi ini menyebabkan air dapat ditarik oleh senyawa lain baik yang bermuatan positif atau bermuatan negatif. Molekul air yang satu dengan yang lain dapat bergabung melalui ikatan hidrogen yang dapat terbentuk melalui tarik menarik antara kutub positif (atom H) molekul air yang satu dengan kutub negatif (atom O) molekul air lain. Satu molekul air dapat membentuk ikatan hidrogen dengan 4 molekul air lainnya. Sebagian besar air dalam bahan berada dalam bentuk "terikat" dengan komponen bahan lainnya. Struktur molekul air adalah :

Gambar 14. Molekul air

Air merupakan substansi kimia dengan rumus kimia H_2O: satu molekul air tersusun atas dua atom hidrogen yang terikat secara kovalen pada satu atom oksigen. Air bersifat tidak berwarna, tidak berasa dan tidak berbau pada kondisi standar, yaitu pada tekanan 100 kPa (1 bar) and temperatur 273,15 K (0°C). Zat kimia ini merupakan suatu pelarut yang penting, yang memiliki kemampuan untuk melarutkan banyak zat kimia lainnya, seperti garam-garam, gula, asam, beberapa jenis gas dan banyak macam molekul organik.

Air adalah pelarut yang kuat, melarutkan banyak jenis zat kimia. Zat-zat yang bercampur dan larut dengan baik dalam air (misalnya garam-garam) disebut sebagai zat-zat "hidrofilik" (pencinta air), dan zat-zat yang tidak mudah tercampur dengan air (misalnya lemak dan minyak), disebut sebagai zat-zat "hidrofobik" (takut-air). Kelarutan suatu zat dalam air ditentukan oleh dapat tidaknya zat tersebut menandingi kekuatan gaya tarik-menarik listrik (gaya intermolekul dipol-dipol) antara molekul-molekul air. Jika suatu zat tidak mampu menandingi gaya tarik-menarik antar molekul air, molekul-molekul zat tersebut tidak larut dan akan mengendap dalam air.

Gambar 15. Air sebagai pelarut

Air menempel pada sesamanya (kohesi) karena air bersifat polar. Air memiliki sejumlah muatan parsial negatif (σ-) dekat atom oksigen akibat pasangan elektron yang (hampir) tidak digunakan bersama, dan sejumlah muatan parsial positif (σ+) dekat atom oksigen. Dalam air hal ini terjadi karena atom oksigen bersifat lebih elektronegatif dibandingkan atom hidrogen—yang berarti, ia (atom oksigen) memiliki lebih "kekuatan tarik" pada elektron-elektron yang dimiliki bersama dalam molekul, menarik elektron-elektron lebih dekat ke arahnya (juga berarti menarik muatan negatif elektron-elektron tersebut) dan membuat daerah di sekitar atom oksigen bermuatan lebih negatif ketimbang daerah-daerah di sekitar kedua atom hidrogen.Air memiliki pula sifat adhesi yang tinggi disebabkan oleh sifat alami kepolarannya.

Air memiliki tegangan permukaan yang besar yang disebabkan oleh kuatnya sifat kohesi antar molekul-molekul air. Hal ini dapat diamati saat sejumlah kecil air ditempatkan dalam sebuah permukaan yang tak dapat terbasahi atau terlarutkan (non-soluble); air tersebut akan berkumpul sebagai sebuah tetesan. Di atas sebuah permukaan gelas yang amat bersih atau bepermukaan amat halus, air dapat membentuk suatu lapisan tipis (*thin film*) karena gaya tarik molekular antara gelas dan molekul air (gaya adhesi) lebih kuat ketimbang gaya kohesi antar molekul air. Dalam sel-sel biologi dan organel-organel, air bersentuhan dengan membran dan permukaan protein yang bersifat hidrofilik; yaitu, permukaan-permukaan yang memiliki ketertarikan kuat terhadap air.

Air mempunyai peran kritis dalam ilmu pangan sehingga sangat penting bagi seorang ahli pangan untuk mengerti seluk beluk tentang air dalam proses pangan yang dapat menjamin keberhasilan suatu produk.

Zat terlarut seperti garam dan gula yang ditemukan dalam air dapat mempengaruhi struktur fisik air. Titik didih dan titik beku air dipengaruhi

zat terlarut. Satu mol sukrosa (gula) dapat menaikan titik didih air sekitar 0,52°C dan satu mol garam dapat menaikan titik didih air 1,04°C.

Zat terlarut dalam air juga mempengaruhi aktivitas air yang mempengaruhi banyak reaksi kimia dan pertumbuhan mikrobiologi dalam pangan. Aktivitas air dapat digambarkan sebagai perbandingan tekanan uap air dalam larutan dengan tekanan uap air murni. Zat terlarut dalam air lebih rendah dari air itu sendiri. Hal ini sangat penting untuk diketahui karena kebanyakan bakteri berhenti tumbuh dalam aktivitas air pada level rendah. Tidak hanya pertumbuhan bakteri saja yang dapat mempengaruhi keamanan pangan tetapi juga pengawetan yang seringkali dilakukan.

Kesadahan air juga menjadi faktor kritis dalam pengolahan pangan. Secara dramatisasi kesadahan air dapat mempengaruhi kualitas produk seperti halnya peranan sanitasi. Kesadahan air diklasifikasikan berdasarkan jumlah perpindahan kandungan garam kalsium karbonat per galon. Kesadahan air dihitung dalam grain. Kalsium karbonat sebanyak 0,064 gram ekivalen dengan 1 grain kesadahan. Air dikatakan lunak bila mengandung 1 hingga 4 grain, kesadahan lunak bila mengandung 5 hingga 10 grain, kesadahan sedang bila mengandung 5 hingga 10 grain dan kesadahan tinggi 11 hingga 20 grain.

Kesadahan air dapat diubah atau diberi perlakuan dengan menggunakan sistem pertukaran ion. Kesadahan juga dapat mempengaruhi kesetimbangan ph yang memegang peranan penting dalam pengolahan pangan. Sebagai contoh, kesadahan air dapat mencegah produksi minuman bersih. Air sadah juga mempengaruhi sanitasi.

Air dalam pangan merupakan kandungan penting, dimana air dapat berupa komponen intrasel dan/atau ekstrasel dalam sayuran dan produk hewani, sebagai medium pendispersi atau pelarut dalam berbagai produk, sebagai fase terdispersi dalam berbagai produk yang diemulsi seperti mentega dan margarin dan sebagai komponen tambahan dalam pangan lain.

Gambar 16. Jenis Bahan Mengandung Kadar Air

Semua bahan pangan mengandung air dalam jumlah yang berbeda-beda. Misalnya buah mentah yang menjadi matang selalu bertambah kandungan airnya, atau dalam calon buah apel hanya mengandung 10% air dapat menghasilkan buah apel yang kadar airnya 80%. Nenas mempunyai kadar air 87% dan tomat 95%. Buah yang paling banyak mengandung air adalah semangka dengan kadar air 97%. Banyaknya air dalam suatu bahan tidak dapat ditentukan dari keadaan fisik bahan tersebut. Bahkan dalam bahan pangan kering sekalipun seperti buah kering, tepung dan biji-bijian terkandung air dalam jumlah tertentu.

Kegiatan : 1

Berkaitan dengan materi kadar/kandungan air dalam bahan (material), Anda ditugasi mencari data atau informasi dari bahan/produk yang mengandung kadar air tinggi melalui referensi/pustaka/internet atau dari hasil penelitian.

- Diskusikan hasil kajian dari informasi tersebut dengan teman kelompok anda!
- Komunikasikan hasilnya dengan kelompok yang lain melalui presentasi di depan kelas! Kira-kira bagaimana pemahaman

Air mempengaruhi mutu pangan secara kimia dan mikrobiologi. Pengeringan atau pembekuan air sangat penting dalam beberapa metode pengawetan pangan.

Kandungan air dalam bahan pangan ikut menentukan *accettability*, kesegaran dan daya tahan bahan itu. Selain merupakan bagian dari suatu bahan pangan, air merupakan pencuci yang baik bagi bahan pangan tersebut atau alat-alat yang akan digunakan dalam pengolahannya. Sebagian besar dari perubahan-perubahan bahan pangan terjadi dalam media air yang ditambahkan atau yang berasal dari bahan itu sendiri.

Di samping terdapat dalam bahan pangan secara alamiah, air terdapat bebas di alam dalam berbagai bentuk. Air bebas ini sangat penting juga dalam pertanian, pencucian dan sanitasi umum maupun probadi, teknologi pangan dan sebagai air minum. Air yang digunakan untuk keperluan khusus mungkin harus mengalami perlakuan terlebih dahulu misalnya sterilisasi, pengurangan kesadahan, penurunan BOD dan sebagainya.

1) Jenis-jenis Air

Menurut derajat keterikatan air, air terikat dibagi atas:

(a) Air *monolayer* (lapisan tunggal)/Air tipe I

Air monolayer adalah air yang terikat dalam bahan secara kimia (ikatan hidrogen). Molekul air yang terikat pada molekul-molekul lain melalui suatu ikatan hidrogen yang berenergi besar. Molekul air membentuk hidrat dengan molekul-molekul lain yang mengandung atom-atom O dan N seperti karbohidrat, protein atau garam. Air tipe ini tidak dapat membeku pada proses pembekuan tetapi sebagian air ini dapat dihilangkan dengan pengeringan biasa, sehingga air monolayer ini terikat kuat dan sering disebut air terikat.

(b) Air *multilayer* (lapisan banyak)/Air tipe II

Air multilayer adalah air yang terikat pada molekul air monolayer. Air tipe ini lebih mudah dihilangkan dengan penguapan atau pengeringan dibandingkan air monolayer.

Molekul-molekul air membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air lain., terdapat dalam mikrokapiler dan sifatnya agak berbeda dari air murni. Air jenis ini sukar dihilangkan dan penghilangan air tipe II akan mengakibatkan penurunan aktivitas air (a_w). Bila sebagian air tipe II dihilangkan, pertumbuhan mikroba dan reaksi-reaksi kimia yang bersifat merusak bahan pangan seperti *browning*, hidrolisis atau oksidasi kurang akan dikurangi. Apabila air tipe II dihilangkan seluruhnya maka kadar air bahan akan berkisar 3 – 7 % dan kestabilan optimum bahan pangan akan tercapai kecuali pada produk-produk yang dapat mengalami oksidasi akibat adanya kandungan lemak tidak jenuh.

(c) Tipe III

Air tipe II merupakan air yang secara fisik terikat dalam jaringan matriks bahan seperti membran, kapiler, serat dan lain-lain. Air tipe III inilah yang disebut air bebas. Sifatnya mudah menguap dan dapat dimanfaatkan pertumbuhan mikroba dan media bagi reaksi-reaksi kimia. Apabila air tipe III diuapkan sleuruhnya maka kandungan air bahan berkisar 12 – 25% dengan aktivitas air (a_w) kira-kira 0,8 tergantung jenis bahan dan suhu.

(d) Tipe IV

Air tipe IV tidak terikat jaringan suatu bahan atau air murni dengan sifat air biasa dan keaktifan penuh. *(F.G. Winarno, 1999 : 3 – 14)*

Berdasarkan keberadaan air dalam pangan, terdapat tiga jenis air yang dimaksud, yaitu:

1. Air bebas yaitu air pada ruang-ruang antar sel dan inter granular dan pori-pori yang terdapat pada bahan. Air terikat lemah yaitu air yang terserap (teradsorpsi) pada permukaan koloid makromolekuler seperti protein, pektin, pati, selulosa dan air yang terdispersi diantara koloid dan merupakan pelarut zat-zat dalam sel. Air ini mempunyai sifat air bebas dan dapat dikristalkan dalam pembekuan. Ikatan antar air dan koloid adalah ikatan hidrogen
2. Air terikat kuat yaitu air yang membentuk hidrat. Ikatan bersifat ionik sehingga relatif sukar dihilangkan atau diuapkan. Air ini tidak membeku pada suhu 0°C. Air dalam bentuk bebas dapat membantu terjadinya proses kerusakan bahan pangan misalnya proses mikrobiologis, kimiawi, enzimatik atau aktivitas serangga perusak. Sedangkan air dalam bentuk lainnya tidak turut dalam proses tersebut. *(F.G. Winarno, 1999 : 3 – 14).*

3. Air imbibisi dan air kristal. Air imbibisi merupakan air yang masuk ke dalam bahan pangan dan akan menyebabkan pengembangan volume tetapi air tersebut bukan merupakan komponen penyusun bahan tersebut. Contohnya air dengan beras saat dipanaskan membentuk nasi atau pembentukan gel dari bahan pati. Air kristal adalah air terikat dalam semua bahan baik pangan maupun non pangan yang berbentuk kristal seperti gula, garam $CuSO_4$ dan lain-lain.

2) Fungsi Air dalam Bahan Pangan

Air dapat mempengaruhi penampakan, tekstur serta cita rasa pangan. Air dalam bahan pangan menentukan kesegaran dan daya tahan pangan. Kerusakan bahan pangan seperti pembusukan oleh mikroba ditentukan oleh air yang ada dalam pangan. Reaksi kimia seperti oksidasi lemak dipengaruhi oleh jumlah air dalam bahan. Air dalam bahan pangan menentukan komposisi yang menentukan kualitas bahan pangan tersebut. Setiap bahan yang diletakan dalam udara terbuka kadar airnya akan mencapai kesetimbangan dengan kelembaban udara di sekitarnya. Kadar air bahan ini disebut kadar air seimbang.

Kandungan air dalam bahan pangan mempengaruhi daya tahan bahan pangan terhadap serangan mikroba yang dinyatakan dengan aktivitas air (a_w) yaitu jumlah air bebas yang dapat digunakan oleh mikroorganisme untuk pertumbuhannya. Berbagai mikroorganisme mempunyai a_w minimum agar tumbuh dengan baik, misalnya bakteri a_w : 0,90; khamir a_w : 0,80 – 0,90; kapang a_w : 0,60 – 0,70. Untuk memperpanjang daya tahan suatu bahan, sebagian air dalam bahan harus dihilangkan dengan beberapa cara tergantung dari jenis bahan. Umumnya dilakukan pengeringan, baik dengan penjemuran atau

dengan alat pengering buatan seperti penjemuran ikan asin, padi, pembuatan dendeng dan sebagainya. Pada bahan yang berkadar air tinggi misalnya susu dilakukan evaporasi atau penguapan.

Bahan yang dianalisis sering mengandung air dalam jumlah tidak menentu. Jumlah air yang terkandung sering tergantung dari perlakukan yang dialami bahan, kelembaban udara yang disimpannya dan lain sebagainya. Kemungkinan kesalahan pada penentuan kadar air adalah adanya bahan lain yang mudah menguap dan ikut menguap bersama-sama dengan air sewaktu dipanaskan. Selain itu adanya bahan yang mudah terurai sewaktu dilakukan pemanasan misalnya bahan yang mengandung karbonat atau bahan organik. Bahan-bahan yang mengalami reaksi dengan bahan-bahan yang berada di udara seperti oksidasi minyak atau lemak tak jenuh.

Pengukuran kadar air dalam suatu bahan sangat diperlukan dalam berbagai bidang. Salah satu bidang yang memerlukan pengukuran kadar air adalah bidang pertanian. Komoditi pertanian yang cukup penting untuk diketahui kadar airnya adalah beras. Mutu beras terutama ditentukan oleh kadar airnya, semakin tinggi kadar air beras, mutunya semakin jelek. Tingginya kadar air beras dapat berakibat tumbuhnya jamur-jamur penghasil mikotoksin (racun) yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia. Kadar air juga perlu diketahui untuk biji-bijian yang lain.

b. Dasar Analisis Kadar Air

Analisis dapat diartikan sebagai usaha pemisahan suatu kesatuan materi bahan menjadi komponen-komponen penyusunnya, kemudian dipakai sebagai data untuk menetapkan komposisi (susunan) bahan tersebut.

Berdasarkan sifat-sifat bahan atau komponen bahan maka disusun cara kerja atau prosedur analisis yang sistematis. Meskipun suatu bahan mungkin bersifat sangat spesifik (khusus) terhadap suatu perlakuan tertentu. Setiap prosedur analisis memiliki kekhasan tertentu beserta kelemahan dan kekuatannya sendiri-sendiri, untuk memperoleh keseragaman (konsistensi) maka harus dipilih suatu prosedur yang sama, sehingga dalam laporan, cara analisis mana yang dipakai harus dicantumkan atau bahkan disertakan prosedur kerjanya.

Prosedur analisis air mudah diperoleh dalam bahan pustaka, namun karena adanya beberapa keterbatasan dan kondisi lingkungan, maka ada beberapa prosedur tertentu saja yang dapat dipakai. Keterbatasan atau kondisi setempat itu misalnya: tujuan analisis yang tidak memerlukan kecermatan tinggi, perlu dilakukan secara rutin dan cepat, biaya dan tenaga pelaksana yang minimal, keterbatasan waktu dan bahan yang akan dianalisis, tidak adanya peralatan tertentu yang diperlukan, tidak adanya peralatan keamanan dalam penggunaan bahan kimia yang berbahaya dan sebagainya, maka suatu laboratorium penguji biasanya tetap menggunakan prosedur yang telah dipilihnya meskipun prosedur baru bermunculan.

Persiapan analisis pentuan kadar air perlu dipertimbangkan beberapa hal, antara lain berkaitan dengan pemilihan prosedur analisis, pengambilan sampel atau cuplikan, dan langkah-Iangkah analisis. Apabila persiapan analisis telah dilakukan dengan balk maka pelaksanaan analisis diharapkan dapat berjalan dengan baik, sehingga hasil yang diperoleh juga akan memuaskan.

Dasar analisis penentuan kadar air dalam bahan, misal untuk menentukan tingkat kekeringan padi (kadar air gabah) dilapangan, tidak perlu menggunakan prosedur penentuan kadar air yang sangat teliti, tetapi cukup menggunakan alat *moisture tester* yang cukup sederhana, dapat dibawa-bawa (*portable*), cepat dan hemat biaya. Angka yang dilaporkan sudah cukup tanpa desimal, misalnya 12%. Akan tetapi dalam suatu penelitian, misalnya dalam penentuan kecepatan atau perubahan kadar air setiap jam selama pengeringan padi, mungkin dituntut

penggunaan prosedur penentuan kadar air yang jauh lebih cermat sampai empat angka desimal. Dengan demikian, tujuan persiapan analisis penting untuk diketahui terlebih dahulu, sebelum menentukan prosedur mana yang akan dipilih dan dipakai. Tujuan yang akan dicapai harus jelas untuk menghindari pekerjaan yang tidak perlu.

Kegiatan : 2

Berkaitan dengan materi kandungan kadar air dalam suatu bahan, Anda ditugasi mencari berbagai jenis bahan, misal: tepung, beras, buah-buahan, madu, biskuit, produk makanan basah dan lain-lain. Untuk dapat menyimpulkan hasil pengamtan anda maka:

- Pilihlah bahan sebagai obyek pengamatan. Kemudian amati bahan-bahan tersebut dengan indra Anda.
- Agar Anda dapat mendeskripsikan secara rinci terhadap : sifat, tekstur dan lain-lainya. Buatlah laporan tertulis tentang deskripsi obyek tersebut.
- Lakukan analisis, adakah hasil pengamatan pada bahan tersebut yang belum dapat diamati. Presentasikan ide anda, apakah sependapat dengan teman anda, berilah kesempatan teman anda untuk bertanya!

c. Prinsip Analisis Kadar Air

Analisis kadar air dengan cara pengeringan, prinsipnya adalah menguapkan air yang ada dalam bahan dengan cara pemanasan. Bahan ditimbang hingga berat konstan yang dapat diartikan semua air sudah teruapkan.

Analisis kadar air dalam bahan pangan penting untuk bahan pangan segar dan olahan. Analisis sering menjadi tidak sederhana karena air dalam bahan pangan berada dalam bentuk terikat secara fisik atau kimia dengan komponen bahan pangan lainnya sehingga sulit memecahkan ikatan-ikatan air tersebut. Hal ini mengakibatkan sulit memperoleh ketelitian analisis yang tinggi sehingga berkembanglah berbagai metode analisis kadar air.

Kegiatan : 3

Buatlah secara berkelompok:

- Jika disediakan bahan : minyak goreng, margarin, lemak hewan, coklat batang, gula pasir/gula merah.
- Lakukan pemanasan dalam oven selama 30 menit.
- Amati semua bahan yang dipanaskan/diuapkan tersebut, apa yang terjadi!
- Diskusikan dengan teman Anda secara berkelompok hasil pengamatan tersebut!

d. Metode/Teknik Analisis Kadar Air

Pengalaman dan pengetahuan dasar analisis kadar air dalam bahan sangat diperlukan bagi sesesorang untuk dapat memilih metode dan prosedur yang tepat dan kemudian melaksanakannnya dengan cermat. Hal-hal yang dapat membantu dalam memilih prosedur yang tepat:

- Pengetahuan dasar komposisi suatu bahan yang akan dianalisis. Dapat dipilih prosedur yang tepat serta penyiapan bahan dan sebagainya dapat dilaksanakan sesuai dengan prosedur yang dimaksud.

- Tingkat ketelitian yang dikehendaki. Apabila prosedur analisis yang lebih singkat, biaya rendah dan tingkat kecermatan yang tidak terlalu tinggi telah cukup memadai dalam mendapatkan keterangan yang diperlukan, maka tidak usah membuang waktu, tenaga dan biaya yang tidak perlu untuk melaksanakan prosedur yang lebih rumit dengan kecermatan tinggi.
- Banyaknya sampel yang tersedia. Apabila sampelnya sulit didapat atau sangat mahal harganya, maka perlu dipilih prosedur yang mampu menganalisis sampel dalam jumlah sedikit atau kalau mungkin tanpa merusaknya meskipun mungkin memerlukan biaya atau waktu yang lebih besar.

Metode yang digunakan untuk mendapatkan kadar air dalam bahan diperlukan hasil analisis dengan tingkat ketepatan dan ketelitian tertentu dan memerlukan metode analisis tertentu.

Analisis kadar air metode langsung dilakukan dengan cara mengeluarkan air dalam bahan pangan dengan bantuan pengeringan oven, distilasi, ekstraksi, dan teknik fisikokimia lainnya. Jumlah air dapat diketahui dengan cara penimbangan, pengukuran volume atau cara langsung lainnya. Metode ini mempunyai ketelitian tinggi, namun memerlukan pengerjaan relatif lama dan kebanyakan bersifat manual.

Metode analisis kadar air secara langsung terbagi menjadi 5 macam, yaitu sebagai berikut :

1) Metode Pengeringan (Thermogravimetri)

Alat yang digunakan dalam metode thermogravimetri adalah oven pengering. Pengeringan bahan adalah suatu metode untuk mengeluarkan atau menghilangkan sebagian air dari suatu bahan dengan cara menguapkan air tersebut dengan menggunakan energi panas. Biasanya kandungan air bahan tersebut dikurangi sampai suatu batas agar mikroba

tidak dapat tumbuh lagi didalamnya. Cara mengeluarkan air dari bahan tersebut dengan proses pengeringan dalam oven (oven udara atau oven vakum, hal ini berdasarkan tekanan yang digunakan saat pengeringan).

Ada dua macam metode gravimetri yaitu metode oven udara dan metode vakum.

a) Metode oven udara

Prinsip metode oven udara didasarkan atas berat yang hilang sehingga sampel seharusnya mempunyai kestabilan panas yang tinggi dan tidak mengandung komponen yang mudah menguap. Air dikeluarkan dari bahan pada tekanan udara (760 mmHg) sehingga air menguap pada suhu 100°C yaitu sesuai titik didihnya. Oven yang digunakan umumnya dipanaskan dengan listrik atau dengan pemanas inframerah yang dilengkapi dengan neraca analitik yang terpasang didalamnya. Analisis kadar air dengan oven berpemanas infrared dapat dilakukan dengan cepat (untuk analisis kadar air rutin), tidak mengakibatkan kenaikan suhu berlebihan pada sampel. Radiasi infrared mempunyai kekuatan penetrasi yang kuat sehingga air dalam bahan dapat diuapkan pada suhu tidak lebih dari 70°C. Pada oven berpemanas listrik, air pada bahan dapat diuapkan pada suhu 100^{o}C.

Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi analisis air dengan metode oven udara yaitu penimbangan contoh/bahan, kondisi oven, pengeringan contoh, dan perlakuan setelah pengeringan. Beberapa faktor yang mempengaruhi yang berkaitan dengan kondisi oven adalah fluktuasi suhu, kecepatan aliran, serta kelembaban udara dalam oven.

Kelemahan metode pengeringan dengan oven antara lain:

- Bahan lain di samping air juga ikut menguap dan ikut hilang bersama dengan uap misalnya alkohol, asam asetat, minyak atsiri, dan lain-lain.
- Dapat terjadi reaksi selama pemanasan yang menghasilkan air atau zat lain mudah menguap. Contoh gula mengalami dekomposisi atau karamelisasi,, lemak mengalami oksidasi dan sebagainya.
- Bahan yang mengandung bahan yang dapat mengikat air secara kuat sulit melepaskan airnya meskipun sudah dipanaskan.

Tahapan yang harus dilakukan untuk penentapan kadar air dengan metode pengeringan dengan oven adalah :

1. Persiapan Alat

Alat dipersiapkan sesuai dengan yang diperlukan untuk analisis kadar air dalam bahan. Gunakan APD (Alat Pelindung Diri) selama melaksanakan analisis

Alat-alat utama untuk analisis kadar air yang harus dipersiapkan diantaranya:

a. Cawan

Karakteristik cawan yang dipakai sebagai tempat sampel untuk analisis kadar air dengan metode oven harus yang tahan panas dan terbuat dari nikel, baja tahan karat, alumunium, porselin, atau gunakan botol timbang dari gelas yang tahan panas (Pyrex). Diameter cawan berbeda-beda ada yang 5-9 cm, kedalaman 2-3 cm.

b. Oven

Suhu oven dijaga konstan selama pengeringan dengan dilengkapi termostat yang dapat mempertahankan suhu sekitar 0,5°C atau kurang. Perbedaan perubahan suhu sekitar 1^0C memberikan perbedaan kadar air sampai 0,1%. Pengeringan oven vakum menggunakan tekanan 100 mmHg untuk buah-buahan, kacang-kacanagan, lemak, dan minyak. Tekanan 50 mmHg untuk sampel gula dan produk-produk dari gula. Tekanan 25 mmHg untuk biji-bijian, telur, dan produk-produk dari telur.

Analisis kadar air metode oven udara (SNI 01-2891-1992) menggunakan prinsip pengeringan sampel dalam oven udara pada suhu 100-105°C sampai diperoleh berat konstan. Beberapa hal penting dari metode penguapan ini adalah lamanya pemanasan. Jika bahan harus dipanaskan pada 105°C selama 3 jam, maka harus perhatikan agar oven benar-benar sudah mencapai suhu 105°C sebelum bahan dimasukkan ke dalamnya. Disamping itu sedapat mungkin oven jangan dibuka lagi sebelum berlangsung 3 jam, memasukkan bahan dalam oven tidak pada waktu yang sama, sehingga hal ini menyebabkan kesalahan besar dalam nilai kadar air, karena setiap kali oven dibuka suhu didalamnya turun, makin lama terbuka makin banyak turunnya suhu.

c. Desikator/Eksikator

Suatu bahan yang telah mengalami pengeringan akan bersifat lebih higroskopis daripada bahan asalnya. Selama pendinginan sebelum penimbangan, bahan harus selalu ditempatkan dalam ruang tertutup kering misalnya disimpan

dalam **eksikator atau desikator** yang telah diberi zat penyerap air. Penyerap air/uap air yang dapat digunakan antara lain kapur aktif, silika gel, asam sulfat, aluminium oksida, kalium klorida, kalium hidroksida, kalium sulfat atau barium sulfat. Silika gel lebih sering digunakan karena memberikan perubahan warna saat jenuh dengan air/uap air.

d. Timbangan/neraca analitik

   Neraca analitik diperlukan dalam analisis kadar air, untuk menimbang sampel sebelum dilakukan analisis sampai sampel diperoleh berat konstan setelah pengeringan.

e. Alat Pendukung

   Jenis alat pendukung diantaranya: krustang/penjepit dan sarung tangan.

Tugas : 3

Anda ditugasi mencari alat-alat yang digunakan untuk analisis air melalui referensi, internet, atau dari data lain. Gambarkan alat-alat tersebut, fungsi dan spesifikasinya, serta dokumentasinya melalui gambar atau foto! Hasil pencarian informasi tuliskan dalam tabel yang terdapat pada lembar pengamatan!

Lembar Pengamatan :

Gambar Alat	Nama alat /spesifikasi	Fungsi
1.		
2.		
3.		
4.		
5		
6.		
Dst		

2. Pengambilan Sampel (Sampling) Untuk Analisis Kadar Air

Masalah utama dalam pengambilan sampel adalah sampling secara representatif. Hal ini sering tidak tercapai karena keadaan sampel secara keseluruhan tidak homogen. Sebelum dilakukan analisis dengan pengeringan perlu adanya beberapa persiapan yaitu sebagai berikut :

a. Penimbangan sampel

Berat sampel ditimbang dan disesuaikan jenis sampel dan kadar air. Sampel kering dengan kadar air kurang dari 10% menggunakan berat sampel 2 g. Sampel banyak mengandung air menggunakan berat sampel mencapai 20 g. Agar diperoleh

berat residu kering 1-2 g sehingga kesalahan akibat penimbangan dapat dihindari.

b. Perlakuan pendahuluan sampel atau preparasi sampel

Sampel diterima dari konsumen atau yang diperoleh dari proses pengambilan sampel harus segera ditangani untuk mencegah terjadinya perubahan. Setelah ditangani, sampel diberi label dan disimpan hingga waktu analisis. Label yang diberikan memuat semua informasi yang dibutuhkan berkaitan dengan pengujian. Informasi harus tertulis jelas, akurat, dan dapat dibaca. Sampel yang telah diberi label kemudian dicatat di dalam buku penerimaan sampel. Pencatatan ini dimaksudkan untuk memudahkan penelusuran, apabila diperlukan dikemudian hari. Setelah dicatat, lakukan pencatatan kebutuhan yang berkaitan dengan pengujian sampel. Hal penting lainnya adalah menjaga integritas sampel dan mengurangi kemungkinan terjadinya kontaminasi silang. Ada beberapa tahap yang berkaitan dengan penyiapan sampel uji, yaitu identifikasi, pencatatan, dan penyiapan sampel. Dalam penyiapan sampel, penggunaan peralatan pelindung diri harus digunakan sesuai dengan metode standar dan persyaratan keselamatan. Pelindung yang harus digunakan tergantung dari sampel yang akan dianalisis. Beberapa pelindung diri adalah kaca mata, sepatu dan baju ("jas lab") khusus laboratorium. Pengambilan sampel dapat dilakukan dengan cara coning (pembagian secara mekanis) atau menggunakan alat *riffle divider* seperti gambar dibawah ini.

Gambar 17. ***Riffle Divider***

(Sumber : www_shambhaviimpex_compcat-gifs-products-small-.htm)

Penyiapan sampel harus memberikan perlakuan khusus terhadap sampel, misalnya pengabuan, pelarutan, penyaringan dan sentrifugasi. Tujuan dari perlakuan tersebut adalah untuk memudahkan dalam proses analisis. Bahan yang akan dianalisis diidentifikasi sesuai dengan metode standar dan persyaratan keselamatan. Identifikasi ini bertujuan untuk memudahkan pelaksanaan analisis. Informasi deskripsi bahan analisis yang diperoleh selama identifikasi selanjutnya dicatat dan dibandingkan dengan spesifikasi. Bila terdapat ketidaksesuaian diantara keduanya, segera dicatat dan dilaporkan. Setelah semuanya tercatat, sampel disiapkan mengikuti metode standar yang sesuai.

Contoh atau sampel yang diambil untuk analisis harus bersifat representatif artinya mewakili sifat keseluruhan bahan. Sampel yang representatif cukup baik untuk mewakili seluruh

(populasi) bahan. Untuk mengambil sampel diperlukan sebagian kecil bahan yang akan dianalisis. Tidak ada aturan statistik yang pasti berapa bagian dari bahan yang harus diambil untuk sampel. Dapat diambil antara 5 – 20% apabila sudah cukup memadai, namun apabila terlalu banyak, cukup diambil akar pangkat dua dari berat (atau volume bahan seluruhnya). Dan sampel tersebut harus diambil dari sebanyak mungkin tempat (bagian) sehingga seluruh bagian terwakili. Sebenarnya, apabila bahan sudah memiliki tingkat homogenitas yang tinggi, jumlah sampel cukup sedikit saja.

Selama menunggu analisis, kemungkinan besar sampel yang telah diambil akan mengalami perubahan-perubahan. Oleh karena itu untuk bahan (atau komponen) yang mudah mengalami perubahan harus diusahakan segera dianalisis atau didahulukan dari bahan lain yang lebih stabil. Perubahan-perubahan yang mungkin terjadi selama menunggu saatnya analisis misalnya:

a) Perubahan kimiawi, misalnya oksidasi. Untuk menghindari oksidasi ini dapat dilakukan dengan menempatkan sampel dalam wadah yang kering, dingin dan kedap udara, atau dapat disimpan dalam wadah yang berisi gas inert.
b) Perubahan biokimiawi atau enzimatis. Untuk bahan-bahan yang diambil dari organisme hidup (tanaman atau hewan) kemungkinan besar masih mengalami aktivitas fisiologis yang dpat mempengaruhi hasil pengamatan analitis. Untuk menghindri kemungkinan perubahan biokimiawi atau enzimatis ini, sampel sebaiknya disimpan dalam alat pendingin (bahkan mungkin pembeku atau freezer) atau

dapat pula juga diperlakukan sedemikian rupa sehingga enzim menjadi inaktif tanpa mengubah sifat-sifat bahan yang lain.

c) Perubahan yang disebabkan karena adanya kontaminasi mikrobiologis. Usaha pencegahan perubahan mikrobiologis ini misalnya penyimpanan sampel dalam suhu rendah atau dengan penambahan pengawet anti mikrobia.
d) Perubahan fisis misalnya terjadinya penguapan sebagian komponen atau penyerapan air dari udara sekitar oleh sampel. Masalah ini dapat ditanggulangi dengan menyimpan sampel dalam botol bersih yang kering dan tertutup rapat. Dapat juga dibantu dengan menambahkan bahan pengering (adsorben).
e) Perubahan mekanis, misalnya goncangan, pemanasan, pendinginan dan sebaginya. Untuk menghindari masalah ini sampel dapat disimpan dalam wadah yang kuat dan dapat menyerap goncangan atau bantingan.

Setelah mendapatkan sampel yang representatif, bahan sampel tersebut umumnya perlu dipersiapkan sebelum dianalisis. Persiapan atau perlakuan yang diperlukan misalnya meliputi: pemisahan atau penghilangan bahan asing dari bahan, pencampuran bahan sehingga homogen, pengecilan ukuran, penghancuran dan penghalusan. Misalnya untuk penentuan kadar air dengan pemanasan, sampel seharusnya memiliki ukuran kehalusan lebih kecil dari 20 mesh.

Hal lain yang perlu diperhatikan adalah:

- Sampel padat yang akan dikeringkan hendaknya dihaluskan hingga sehalus mungkin
- Sampel padat disebar merata dalam botol timbang sehingga tingginya sama
- Bila botol timbang bertutup, maka selama pemanasan botol dalam keadaan terbuka, tetapi setelah selesai pemanasan hendaknya selalu tertutup sampai selesai ditimbang.

Perlakuan pendahuluan berbeda-beda tiap sampel sesuai jenis sampel. Bahan padat dihancurkan dahulu, dapat digiling mencapai kehalusan antara 20-40 mesh. Sampel cair (misal : sari buah, kecap, dll) diuapkan hingga kental baru selanjutnya dikeringkan dalam oven. Produk bakery (cake, roti) dikeringkan dalam ruangan hangat sampai krispi, selanjutnya dihaluskan 20 mesh, lalu dikeringkan dalam oven. Lumatkan sampel hingga homogen dan masukan ke dalam wadah plastik atau gelas yang bersih dan bertutup. Bila sampel tidak langsung diuji, simpan dalam refrigerator atau freezer sampai saatnya untuk dianalisis. Kondisikan sampel pada suhu ruang dan pastikan sampel masih dalam keadaan homogen sebelum ditimbang. Bila terjadi pemisahan antara cairan dan sampel maka diaduk ulang dengan blender sebelum dilakukan analisis.

3. Prosedur Kerja Analisis Kadar Air

1). Syarat-syarat Pemilihan Prosedur Kerja Analisis Kadar Air

Prosedur analisis yang ideal sebaiknya memenuhi syarat-syarat penting berikut:

a. Prosedur analisis harus sahih (atau valid) untuk mengukur besaran tertentu. Prosedur analisis tersebut shahih apabila dalam perancangannya didasari oleh dasar-dasar ilmiah yang menurut logika sesuai untuk pengukuran yang dimaksud oleh prosedur.

b. Prosedur analisis harus memiliki nilai ketepatan yang tinggi. Ketepatan (*accuracy*) menentukan tingkat kebenaran angka-angka yang dihasilkan oleh prosedur tersebut. Misalnya suatu prosedur yang menghasilkan angka kadar air suatu sampel 10%, memang angka tersebutlah yang benar yang dibuktikan melalui analisis dengan cara atau metode lain. Namun kebenaran mutlak memang sulit dibuktikan. Ketepatan suatu prosedur dapat diartikan bahwa tingkat kesalahannya sekecil mungkin.

c. Prosedur analisis yang baik memiliki nilai kecermatan yang tinggi. Kecermatan (*precession*) berhubungan dengan daya ukur suatu cara analisis. Suatu prosedur yang dapat mendeteksi sampel/contoh yang sangat kecil pasti lebih cermat daripada yang hanya dapat mendeteksi contoh yang banyak.

d. Sebaiknya suatu prosedur juga cepat, artinya dapat menghasilkan suatu angka akhir dalam waktu yang pendek atau relatif hemat dalam penggunaan waktu.

e. Prosedur juga sebaiknya hemat, tanpa harus menggunakan bahan, alat, biaya atau keterampilan yang rumit, sulit dan mahal untuk mendapatkannya.
f. Suatu prosedur juga sebaiknya memiliki tingkat keselamatan yarig tinggi, sehingga tidak menyebabkan cedera atau gangguan kesehatan bagi pelaksananya, baik dalam waktu pendek maupun dalam jangka panjang. Prosedur yang mengharuskan penggunaan bahan-bahan beracun, bersifat karsinogenik atau bahan radioaktif memerlukan tindakan keselamatan dan keterampilan pelaksana lebih dari biasanya harus lebih hati-hati. Apabila fasilitas keselamatan dan keterampilan tidak memadai maka prosedur tersebut tentunya tidak selayaknya dianjurkan.
g. Prosedur analisis seharusnya memiliki nilai keterulangan (*reproducibility*), yaitu cara analisis tersebut harus dapat dipakai untuk menentukan satu hal yang sama berulang-ulang dengan hasil secara statistik tidak berbeda.
h. Memiliki sifat khusus (*specifik*), artinya prosedur tersebut khusus berlaku untuk pengukuran hal tertentu saja dan tak berlaku untuk pengukuran hal yang lain. Misalnya prosedur analisis air secara destilasi yang menggunakan bahan pelarut organik untuk ekstraksi suatu bahan yang ada dalam contoh bahan tersebut.
i. Prosedur analisis harus dapat diandalkan (*reliable*), sehingga prosedur tersebut dapat dilaksanakan dalam kondisi yang tidak terlalu menuntut kondisi yang sangat tepat, misalnya adanya variasi suhu ruang, variasi

kelembaban atau peralatan, sehingga dapat menghasilkan data hasil analisis yang baik.

j. Prosedur sebaiknya mantap (*stable*) sehingga dapat dilaksanakan dalam tahapan waktu yang wajar (cukup santai) sehingga tidak harus dituntut tahapan waktu yang eksak dan keadaan memaksa, sehingga pelaksanaan prosedur tersebut dapat dilanjutkan pada waktu lain (ditunda).

Persyaratan prosedur tersebut di atas apabila dipenuhi semua akan menghasilkan suatu prosedur analisis yang dapat dikatakan sempurna, dan prosedur tersebut dapat diterima dan dipergunakan. Syarat pertama yaitu kesahihan atau validitas yang harus tetap terpenuhi.

2). Prosedur Kerja Analisis Kadar Air

a. Prosedur Kerja Analisis Kadar Air dengan Metode Oven Udara

1. Pengecekan suhu oven

   Sebelum oven digunakan untuk anailsa kadar air, dilakukan pengecekan suhu oven dengan cara memasukkan termometer yang dikalibrasi ke dalam oven. Tunggu hingga termometer mencapai suhu yang diinginkan (sekitar 5 menit). Lakukan pengecekan suhu oven sebanyak 5 kali. Catat data suhu yang terbaca pada termometer. Selanjutnya itung nilai rata-rata suhu, standar deviasi, dan RSD.

2. Tahapan analisis
    - Pada awal tahap analisis cawan kosong dikeringkan dalam oven selama 15 menit.
    - Dinginkan cawan dalam desikator.
    - Ambil cawan kering dengan penjepit.
    - Timbang cawan kering yang sudah didinginkan.
    - Timbang 1-2 g contoh pada cawan tersebut. Keringkan pada oven suhu 105^{0}C selama 3 jam, kemudian dinginkan dalam desikator.
    - Lakukan penimbangan dan ulangi penimbangan hingga diperoleh bobot tetap/konstan (≤0,0005 g).

3. Perhitungan :
    - **Kadar air dalam basis basah (bb)**

      Kadar air (g/100 g bahan basah)

$$= \frac{(W-(W1-W2))}{W} \quad x \;\; 100$$

    - **Kadar air dalam basis kering (bk)**

      Kadar air (g/100 g bahan kering)

$$= \frac{[(W-(W1-W2))}{W1-W2} \;\; x \;\; 100$$

dimana:

W = berat contoh sebelum dikeringkan (g)

W1 = berat cawan kosong dan contoh kering yang sudah konstan beratnya (g)

W2 = berat cawan kosong

b. Prosedur Kerja Analisis Kadar Air dengan Metode Oven Vakum

Kelemahan dari pengeringan dengan oven udara diperbaiki dengan metode oven vakum. Pada metode vacum, sampel dikeringkan dalam kondisi tekanan rendah (vakum) sehingga air dapat menguap dibawah titik didih normal (100°C), misal antara suhu 60-70°C. Pada suhu 60-70°C tidak terjadi penguraian senyawa dalam sampel selama pengeringan. Untuk analisis sampel bahan pangan yang mengandung gula, khususnya mengandung fruktosa, senyawa ini cenderung mengalami penguraian pada suhu yang lebih tinggi. Tekanan yang digunakan pada metode ini umumnya berkisar antara 25-100 mmHg.

Analisis kadar air metode oven vakum (AOAC 925.45,1999) menggunakan prinsip pengeringan sampel dalam oven vakum pada suhu 25-100°C, sehingga dapat menguap pada suhu lebih rendah dari 100°C, misalnya pada suhu 60-70°C. Berikut prosedur kerja untuk analisis kadar air metode oven vakum:

- Cawan kosong dikeringkan dalam oven selama 15 menit kemudian didiinginkan dalam desikator.
- Ambil cawan kering dengan penjepit lalu timbang cawan kering yang sudah didinginkan.

- Lakukan penimbangan 1-2 g contoh pada cawan tersebut. Keringkan pada oven vakum suhu 70°C, 25 mmHg selama 2 jam.
- Dinginkan dalam desikator lalu timbang. Ulangi penimbangan hingga diperoleh berat tetap/konstan (≤ 0,0005).
- Lakukan perhitungan dari hasil data pengamatan.

Perhitungan :

- **Kadar air dalam basis basah (bb)**

Kadar air (g/100 g bahan basa)

$$= \frac{[(W-(W1-W2))}{W} \times 100$$

- **Kadar air dalam basis kering (bk)**

Kadar air (g/100 g bahan kering)

$$= \frac{(W-(W1-W2))}{W1-W2} \times 100$$

dimana:

W = berat contoh sebelum dikeringkan (g)

W1 = berat cawan kosong dan contoh kering yang sudah konstan beratnya (g)

W2 = berat cawan kosong

2) Metode Destilasi (Thermovolumetri)

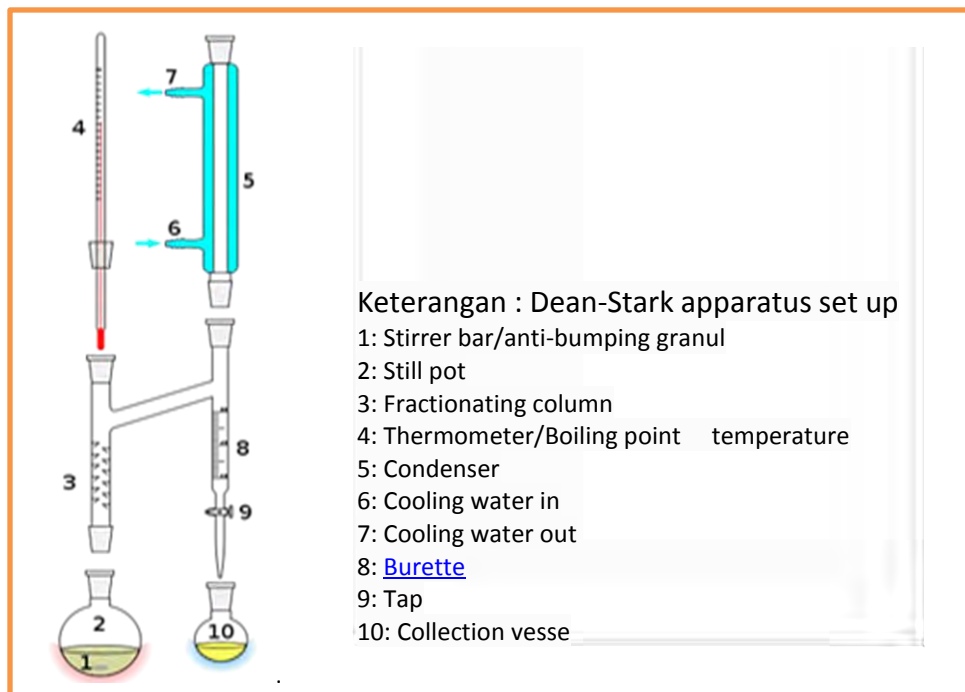
Metode destilasi adalah suatu metode yang digunakan untuk menetapkan kadar air suatu bahan yang mudah menguap, memiliki kandungan air tinggi, dan bahan yang mudah teroksidasi, sehingga pengeringan yang dilakukan tidak menghilangkan kadar air seluruhnya. Destilasi dilakukan melalui tiga tahap (Guenther 1987), yakni :

1. Evaporasi yaitu memindahkan pelarut sebagai uap air dari cairan pemisahan uap cairan di dalam kolom,
2. Memisahkan komponen dengan titik didih lebih rendah yang lebih volatil dari komponen lain yang kurang volatil.
3. Kondensasi dari uap cairan untuk mendapatkan fraksi pelarut yang lebih volatil

Metode destilasi dalam penetapan kadar air digunakan suatu pelarut yang immisible yaitu pelarut yang tidak dapat saling bercampur dengan air dan disuling bersama-sama dari contoh yang telah ditimbang dengan teliti. Pelarut tersebut memiliki titik didih sedikit di atas titik didih air. Pelarut yang biasa digunakan adalah toluene, xylene, dan campuran pelarut-pelarut ini dengan pelarut lain. Metode destilasi sering digunakan pada produk-produk bahan pangan yang mengadung sedikit air atau mengandung senyawa volatil, diantaranya adalah keju, kopi dan bahan volatil seperti rempah-rempah yang banyak mengandung minyak volatil.

Prinsip penentuan kadar air dengan destilasi adalah menguapkan air dengan “pembawa” cairan kimia yang mempunyai titik didih lebih tinggi daripada air dan tidak dapat campur dengan air serta mempunyai berat jenis lebih rendah daripada air. Zat kimia yang dapat digunakan antara lain: toluen, xylen, benzen, tetrakhlorethilen dan xylol (Sudarmadji, 1989). Berat jenis toluen 0,886g/ml, xilen 0,866-0,87 g/ml, terakloroetilen mempunyai berat jenis lebih tingggi dari air 1,62 g/ml. Toluen dikenal sebagai methylbenzene atau toluene merupakan cairan dengan bau yang khas pengencer cat. Toluen adalah aromatik yang digunakan yang

digunakan secara luas sebagai industri bahan baku dan sebagai pelarrut. Rumus molekulnya C_7H_8 atau $C_6H_5CH_3$, masa molar 92,14 g, penampilan tak berwarna (bening), densitas kepadatan 0,8669 g/mL, titik lebur -93°C, titik didih 110,6°C, kelarutan dalam air 0,47 g/L (20-25 °C) dan viskositas 0,590 pada suhu 20°C.(Anonim.2009).

Cara atau prosedur penentuan kadar air dengan destilasi adalah dengan memberikan zat kimia sebanyak 75-100 ml pada sampel yang diperkirakan mengandung air sebanyak 2-5 ml, kemudain dipanaskan sampai mendidih. Uap air dan zat kimia tersebut diembunkan dan ditampung dalam tabung penampung. Karena berat jenis air lebih besar daripada zat kimia tersebut, maka air akan berada dibagian bawah pada tabung penampung. Bila pada tabung penampung dilengkapi skala maka banyaknya air dapat diketahui langsung. Alat yang dipakai sebagai penampung ini antara lain tabung Strak-Dean dan Sterling-Bidwell atau modifikasinya (Gambar 18).

Gambar 18. Dean-Stark App.

Keuntungan penentuan kadar air dengan destilasi adalah:

1. Kadar air ditetapkan langsung dan hasil akhir merupakan nilai kadar air yang nyata dan bukan karena kehilangan berat contoh.
2. Hasil lebih teliti dibandingkan dengan metoda pengeringan oven karena jumlah contoh lebih banyak.
3. Waktu analisis singkat (0,5-1 jam),
4. Peralatan sederhana dan mudah didapat serta pengaruh kelembaban lingkungan dapat dihindari dan dapat mencegah oksidasi selama pemanasan.

Kelemahan metode destilasi adalah:

1. Permukaan alat gelas harus selalu kering dan bersih.
2. Senyawa alkohol atau gliserol mungkin terdestilasi bersama air yang dapat mengakibatkan data yang diperoleh lebih tinggi dari nilai sebenarnya.
3. Pelarut yang digunakan mudah terbakar, sebagian pelarut beracun (misal benzen),
4. Ketelitian membaca volume air yang terkondensasi terbatas.

3) Metode Secara Kimia

a. Cara Titrasi Karl Ficher

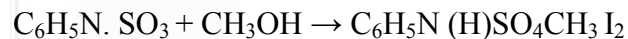
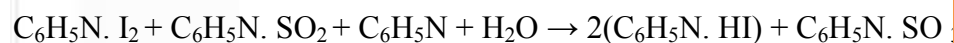
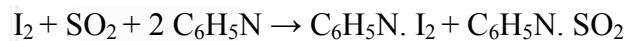
Metode Titrasi Karl Ficher digunakan untuk mengukur kadar air contoh dengan metode volumetri berdasarkan prinsip titrasi. Titrant yang digunakan adalah pereaksi Karl Fischer (campuran iodin, sulfur dioksida, dan pridin dalam larutan metanol). Pereaksi karl fischer pada metode ini sangat tidak stabil dan peka terhadap uap air oleh karena itu sebelum digunakan pereaksi harus selalu distandarisasi.

Metanol dan piridin digunakan untuk melarutkan iodin dan sulfur dioksida agar reaksi dengan air menjadi lebih baik. Selain itu piridin dan metanol akan mengikat asam sulfat yang terbentuk sehingga akhir titrasi dapat lebih jelas dan tepat. Selama masih ada air dalam bahan, iodin akan bereaksi, tetapi begitu air habis, maka iodin akan bebas. Pada saat timbul warna iodin bebas ini, titrasi dihentikan dan iodin bebas ini akan memberikan warna kuning coklat. Untuk memperjelas pewarnaan maka dapat ditambahkan metilin biru dan akhir titrasi akan memberikan warna hijau (Sudarmadji, 1989).

Tahapan reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:

$I_2 + SO_2 + 2\ C_6H_5N \rightarrow C_6H_5N.\ I_2 + C_6H_5N.\ SO_2$

$C_6H_5N.\ I_2 + C_6H_5N.\ SO_2 + C_6H_5N + H_2O \rightarrow 2(C_6H_5N.\ HI) + C_6H_5N.\ SO$

$C_6H_5N.\ SO_3 + CH_3OH \rightarrow C_6H_5N\ (H)SO_4CH_3\ I_2$

dengan metilen biru akan berubah warnanya menjadi hijau.

Selama proses titrasi terjadi reaksi reduksi iodin oleh sulfur dioksida dengan adanya air. Reaksi reduksi iodin akan berlangsung sampai air habis yang ditunjukan munculnya warna coklat akibat kelebihan iodin. Penentuan titik akhir titrasi sulit dilakukan karena kadang-kadang perubahan warna yang terjadi tidak terlalu jelas. Pereaksi Karl Fischer sangat sensitif terhadap air. Dalam pelaksanaannya titrasi harus dilakukan dengan kondisi bebas dari pengaruh kelembaban udara. Cara titrasi Karl Fischer ini telah berhasil dipakai untuk penentuan kadar air dalam alkohol, ester-ester, senyawa lipida, lilin, pati, tepung gula, madu dan bahan pangan yang memiliki kadar air yang rendah. Penentuan kadar air dengan metoda Karl Fischer banyak dipakai karena memberikan

nilai yang tepat dan dikerjakan cepat. Tingkat ketelitiannya lebih kurang 0,5 mg dan dapat ditingkatkan lagi dengan sistem elektroda yaitu dapat mencapai 0,2 mg (Sudarmadji, 1989). Selain itu metode Karl Fischer juga dapat digunakan untuk mengukur kadar air konsentrasi 1 ppm.

Metode Karl Fischer menggunakan reagen *Karl Fischer* yang terdiri dari SO_2, piridin, dan iodin. Prinsip melakukan titrasi sampel dengan larutan iodin dalam metanol dan piridin. Jika masih ada air didalam bahan maka Iodin akan bereaksi, tetapi bila air habis maka iodin akan bebas.

Perhitungan :

$$\text{Kadar air} = 0{,}4\ F\ (V_1 - V_2)\ /\ W_1$$

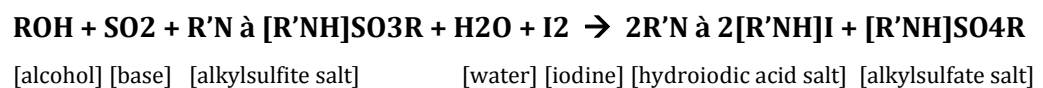
Keterangan :

- W_1 : berat sampel (g)
- V_1 : volume pereaksi *karls fischer* untuk titrasi sampel (ml)
- V_2 : volume pereaksi untuk titrasi blanko (ml)
- F : faktor standarisasi pereaksi

Karl Fischer menemukan bahwa reaksi ini bisa dimodifikasi untuk digunakan dalam penentuan kadar air di suatu sistem yang berisi suatu kelebihan sulfurdioksida. Ia menggunakan bahan utama alkohol (metanol) sebagai bahan pelarut, dan suatu dasar (pyridine) sebagai buffer agen.

Reaksi Karl Fischer :

ROH + SO2 + R'N à [R'NH]SO3R + H2O + I2 → 2R'N à 2[R'NH]I + [R'NH]SO4R

[alcohol] [base] [alkylsulfite salt] [water] [iodine] [hydroiodic acid salt] [alkylsulfate salt]

Akohol bereaksi dengan sulfurdioksida (SO_2) dan mengendap kemudian membentuk garam alkylsulfite, yang kemudian dioksidasi oleh iodium menjadi garam alkylsulfate. Reaksi Oksidasi ini membutuhkan air. Alkohol yang reaktif secara khas metanol atau 2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol, juga dikenal sebagai diethylene glycol monoethyl eter (DEGEE), atau alkohol lain. Bahan Karl Fischer reaksi lama berisi pyridine, suatu bahan bersifat karsinogen penyebab kanker. Bahan reaksi yang paling sering digunakan sekarang ini adalah pyridine-free dan berisi imidazole atau amina utama sebagai gantinya.

Cara kerjanya :

Perbandingan Air dan iodium yang digunakan adalah 1:1 didalam reaksi. semua air digunakan, kelebihan iodium dideteksi dengan alat voltametrically oleh titrator elektroda indikator. Isyarat itu menandakan titik akhir titrasi. Jumlah air yang ada itu dihitung berdasarkan pada konsentrasi iodium di dalam titrasi Karl Fischer dengan jumlah pereaksi yang dipakai dalam titrasi. Reaksi Karl Fischer sensitif terhadap pH, dimana tingkat reaksi tergantung pada nilai pH bahan pelarut. pH antara 5 dan 8 titrasi berproses secara normal, ketika pH lebih rendah dari 5, maka kecepatan titrasi sangat lambat, dan jika pH lebih tinggi dari 8 maka tingkat kecepatan titrasi sangat cepat.

Ada dua jenis Titrasi Karl Fischer, yaitu :

1) Titrasi Karl Fischer Volumetrik

   Titrasi Karl Fischer Volumetrik, ditambahkan iodium dengan mesin pada burette yang berisi sample suatu bahan pelarut selama proses titrasi. Volume air diukur berdasarkan volume

bahan reaksi yang digunakan pada titrasi Karl Fischer. Cara titrasi Volumetri sangat cocok digunakan untuk penentuan kadar air disekitar 100 ppm untuk 100%. Ada dua jenis bahan reaksi Titrasi Karl Fischer Volumetrik, yaitu :

a. *one-component volumetric* KF, bahan reaksi titrasi (juga dikenal sebagai suatu Combi Titrant, atau Gabungan) berisi semua bahan-kimia yang diperlukan untuk Reaksi Karl Fischer, yakni iodium, sulfurdioksida, dan dihasilkan suatu alkohol. Metanol secara khas digunakan sebagai medium dalam sel titrasi. *One-component* bahan reaksi volumetrik adalah lebih mudah digunakan, dan pada umumnya lebih murah dibanding *two-componen*t bahan reaksi.

b. *two-component volumetric* KF, titrasi agen (pada umumnya dikenal sebagai titrant) berisi yang hanya iodium dan metanol. Bahan pelarut Karl Fischer lain yang berisi Komponen Reaksi digunakan sebagai medium didalam sel titrasi. Bahan reaksi *Two-component* mempunyai stabilitas lebih baik dan titrasi lebih cepat dibanding bahan reaksi *one-component*, tetapi pada umumnya lebih mahal dan dapat menurunkan kapasitas bahan pelarut.

2) Titrasi Karl Fischer Coulometric

Titrasi Karl Fischer Coulometric, yaitu iodium dihasilkan secara elektrokimia selama titrasi berlangsung. Air diukur berdasarkan atas total beban perubahan fasa (Q), ketika diukur oleh ampere dan waktu (perdetik), menurut hubungan sebagai berikut:

Q = 1 C (Coulomb) = 1 A x 1 s, dimana 1 mg H_2O = 10.72 C

Coulometri sangat cocok untuk penentuan kadar air disekitar 1 ppm untuk 5%.

Ada dua jenis bahan reaksi Titrasi Karl Fischer Coulometric:

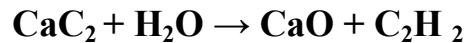
1. Konvensional atau *fritted-cell* KF coulometric, yaitu suatu sekat rongga (*frit*) memisahkan kutub positip dari katode yang membentuk sel elektrolitik sebagai elektroda generator. Tujuan *frit* adalah untuk mencegah iodium yang dihasilkan di kutub positip kemudian kembali ke iodida di katode sebagai pereaksi dengan air.
2. *Fritless-cell* KF *coulometric*, suatu disain sel inovatif melalui suatu kombinasi faktor, tetapi tanpa suatu *frit*, membuatnya hampir tidak mungkin untuk iodium menjangkau katode itu dan mengurangi iodida sebagai pereaksi dengan air.

b. Cara Kalsium Karbida

Cara ini berdasarkan reaksi antara kalsium karbid dan air menghasilkan gas asetilen. Cara ini sangat tepat dan tidak memerlukan alat yang rumit. Jumlah asetilen yang terbentuk dapat diukur dengan berbagai cara:

- Menimbang campuran bahan dan karbida sebelum dan sesudah reaksi ini selesai. Kehilangan bobotnya merupakan berat asetilen.
- Mengumpulkan gas asetilen yang terbentuk dalam ruangan tertutup dan mengukur volumenya. Dengan volume yang diperoleh tersebut dapat diketahui banyaknya asetilen dan kemudian dapat diketahui kadar air bahan.
- Mengukur tekanan gas asetilen yang terbentuk, yaitu jika reaksi dikerjakan dalam ruang tertutup. Kadar air bahan dapat diketahui dengan mengetahui banyaknya tekanan dan volume asetilen, dengan menangkap gas asetilen dengan larutan tembaga

sehingga dihasilkan tembaga asetilen yang dapat ditentukan secara gravimetri atau volumetri atau secara kolorimetri. Reaksi yang terjadi selama pencampuran dapat dituliskan sebagai berikut:

$$CaC_2 + H_2O \rightarrow CaO + C_2H_2$$

Tiap 1 grol gas asetilen berasal dari 1 grol air. Volume 1 grol gas asetilen dianggap sama dengan gas ideal yaitu 22,4 liter. Ketelitiannya tergantung pada pencampuran atau interaksi karbid dengan bahan. Cara tersebut telah berhasil untuk menentukkan kadar air dalam tepung, sabun, kulit, biji panili, mentega dan air buah. Penentuan kadar air cara ini dapat dikerjakan sangat singkat yaitu berkisar 10 menit (Sudarmadji, 1989).

Metode Kalsium Karbida berdasarkan atas reaksi antara kalsium karbida dengan air menghasilkan gas asetilen. Jumlah asetilen yang terbentuk dapat diukur dengan beberapa cara, antara lain :

- Selisih bobot campuran bahan sebelum dan sesudah reaksi.
- Menampung dan mengukur volume gas asetilen dalam tabung tertutup.
- Mengukur tekanan gas asetilen jika reaksi dilakukan pada ruang tertutup.

c. Cara Asetil Klorida

Metode Asetil Klorida di gunakan untuk bahan-bahan yang berupa minyak, mentega, margarin, rempah-rempah, dan beberapa bahan berkadar air rendah. Metode ini berdasarkan atas reaksi antara asetil klorida dengan air menghasilkan asam yang akan dititrasi dengan

basa. Asetil klorida yang digunakan dilarutkan dalam toluol dan bahan didispersikan dalam piridin (Sudarmadji, 1989). Reaksi yang terjadi dapat dituliskan berikut:

$$H_2O + CH_3COCl \rightarrow CH_3COOH + HCl$$

4) Metode Desikasi Kimia

Dengan bantuan bahan kimia yang mempunyai kemampuan menyerap air tinggi seperti fosfor pentaoksida (P_2O_5), barium monoksida (BaO), magnesium perklorat ($MgCl_3$), kalsium klorida anhidrous ($CaCl_2$) dan asam sulfat (H_2SO_4) pekat. Senyawa P_2O_5, BaO, dan $MgClO_3$ merupakan bahan kimia yang direkomendasi oleh AOAC (1999).

Metode analisis desikasi kimia cukup sederhana. Contohnya yang akan dianalisis ditempatkan pada cawan, kemudian diletakkan dalam desikator. Proses pengeringan berlangsung pada suhu kamar sampai berat konstan/tetap. Untuk mencapai berat konstan dibutuhkan waktu lama dan keseimbangan kadar airnya tergantung pada reaktivitas kimia komponen dalam contoh tersebut terhadap air. Metode ini sangat sesuai untuk bahan yang mengandung senyawa volatil (mudah menguap) tinggi, seperti rempah-rempah. Penggunaan suhu kamar dapat mencegah hilangnya senyawa menguap selama pengeringan.

5) Metode Fisis

Ada beberapa cara penentuan kadar air cara fisis antara lain:

a) Berdasarkan tetapan dielektrikum.

Perlu kurva standar yang menggambarkan hubungan antara kadar air dan tetapan dielektrikum dari bahan yang diteliti.

b) Berdasarkan konduktivitas listrik (daya hantar listrik) atau resistansi.

Suatu zat dilalui aliran listrik, jika diketahui suatu grafik yang menggambarkan hubungan antara kadar air dengan resistennya, maka kadar air bahan dapat diketahui.

c) Berdasarkan pengukuran kadar air dengan instrumen Infrared Moister Meters dan Moister Meter Grain (gambar 15 dan 16). Instruments Moisture meter digunakan untuk mengukur persentase air dalam suatu zat tertentu. Informasi ini dapat digunakan untuk menentukan apakah bahan siap digunakan tiba-tiba basah atau kering, atau membutuhkan pemeriksaan lebih lanjut. Biji – bijian, kayu dan produk kertas sangat sensitif terhadap kadar air. Sifat fisik sangat dipengaruhi oleh kadar air. ***Moisture Meter*** ini tidak hanya dipakai untuk mengukur kadar air kayu saja akan tetapi bisa dipakai untuk berbagai media yang mau diukur misal beras, jagung, kacang – kacangan, gabah, padi, merica, lada, cengkeh, tepung, gandum, biji - bijian ataupun yang lainnya.

Gambar 19. Infrared Moisture Meters
http://www.alatlabor.com/

Gambar 20. Moisture Meter Grain
http://ptspektrasurya.indonetwork.co.id/

d) Berdasarkan Nuklir Magnetic Resonansi (NMR)/resonansi nuklir inti, yaitu energi yang terserap oleh inti atom H dari molekul air dapat merupakan ukuran dari banyaknya air yang dikandung oleh bahan tersebut. Perlu kurva standar hubungan banyaknya energi yang diserap dengan kandungan dengan kandungan dalam bahan. (Slamet Sudarmaji, 1989: 57-70).

6) Metode Listrik-elektronika (Konduktivitas DC-AC dan konstanta Dielektrik)

Metode ini didasarkan pada pengukuran tahanan yang ditimbulkan dari bahan yang mengandung air. Analisis dilakukan dengan cara menempatkan sejumlah sampel di dalam wadah kecil diantara dua

elektroda, selanjutnya arus listrik yang melewati contoh diukur berdasarkan tahanan listriknya.

a. Penyerapan gelombang mikro

Hal ini didasarkan pada pengukuran penyerapan energi gelombang mikro oleh molekul air dalam bahan. Molekul air yang mempunyai dua kutub akan menyerap beberapa ribu kali lebih banyak energi gelombang mikro dibandigkan bahan kering dalamvolume yang sama. Gelombang mikro dengan frekwensi 9-10 GHz dapat digunakan untuk memantau kadar air bahan berkadar air rendah, padatan atau cairan. Peralatan utamanya adalah dua buah antena yang berfungsi sebagai pemancar dan penerima gelombang. Pengukuran dilakukan dengan cara bahan ditempatkan diantara ke dua antena tanpa menyentuh antena.

b. Penyerapan Sonik dan Ultrasonik

Hal ini dilakukan berdasarkan kemampuan molekul air dalam menyerap energi sonik dan ultrasonik. Derajat penyerapannya tergantung pada jumlah air yang terdapat dalam bahan. Pengukuran dilakukan dengan cara bahan ditempatkan diantara generator energi sebagai (sebagai pensuplai energi sonik dan ultrasonik) dan mikrofon sebagai penerima. Energi yang diterima selanjutnya diperkuat sehingga terbaca pada voltmeter dan selanjutnya data diubah menjadi data kadar air.

7) Metode Spektroskopi (Inframerah dan NMR)

Metode spektroskopi inframerah didasarkan pada pembentukkan spektrum penyerapan inframerah yang sangat spesifik oleh molekul air yang terdapat pada bahan (padat atau cair). Pita-pita penyerapan inframerah oleh molekul air terjadi pada panjang gelombang 0,76; 0,97; 1,16; 1,45; dan 1,94 μm. Intensitas penyerapan sinar inframerah berbanding lurus dengan kadar air.

Penentuan kadar air dilakukan dengan membandingkan penyerapan energi pada panjang gelombang tersebut dengan kadar air standar yang sebelumnya sudah ditentukan dengan metoda langsung. Metode spektroskopi inframerah sangat sensitif untuk bahan yang mengandung air sangat rendah sampai sekitar 0,05%. Metode spektroskopi inframerah banyak digunakan untuk mengukur kadar air biji-bijian dan produk tepung dan metode ini relatif mahal.

Sedangkan metode spektroskopi NMR didasarkan pada sifat-sifat nuklir dari atom-atom hidrogen dalam kolekul air. Perputaran atom hidrogen dalam molekul air yang berbeda dengan perputaran atom hidrogen dalam molekul lain dapat diidentifikasi yang selanjutnya dapat dijadikan sebagai parameter pengukuraan kadar air. Metode spektroskopi NMR dapat mengukur kadar air bahan kisaran 5-100%. Analisis berlangsung cepat, tidak menggunakan suhu tinggi, tidak destruktif, dapat mengukur air terikat dan pengerjaannya mahal, cukup rumit, tidak cocok untuk analisis bahan yang mengandung lemak/minyak tinggi.

3. Refleksi

PETUNJUK :

1. Tuliskan nama dan KD yang telah anda selesaikan pada lembar tersendiri
2. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
3. Kumpulkan hasil refleksi pada guru anda

1. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?

   ....
   ....
   ....

2. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja.

   ....
   ....
   ....

3. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?

   ....
   ....
   ....

4. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?

   ....
   ....
   ....

5. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

   ....
   ....
   ....

4. Tugas

Lembar Kerja 1: Lakukan Analisis Kadar Air dengan Metode Oven

Prinsip : Kehilangan bobot pada pemanasan 105°C dianggap sebagai kadar air yang terdapat pada sampel

Alat : 1. Neraca analitik

2. Botol timbang
3. Spatula
4. Oven
5. Desikator
6. Krustang

Bahan : Sampel (Padi, Beras, Mie dll)

Prosedur :

1. Panaskan botol timbang dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam
2. Dinginkan dalam eksikator selama ½ jam
3. Timbang dan catat bobotnya
4. Ulangi sampai diperoleh bobot konstan
5. Timbang bahan/sampel sebanyak 1 – 2 gram pada botol timbang tertutup yang telah didapat bobot konstannya
6. Panaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 3 jam
7. Dinginkan dalam eksikator selama ½ jam
8. Timbang botol timbang yang berisi contoh tersebut.
9. Ulangi pemanasan dan penimbangan hingga diperoleh bobot konstan

Perhitungan :

$$\% \text{ Air} = \frac{(Wo + Ws) - Wi}{Ws} \times 100$$

Wo = berat botol timbang kosong (gram)

Wi = berat botol timbang + sampel setelah pengeringan (gram)

Ws = berat sampel (gram)

Lembar pengamatan :

- **Data pengamatan untuk setiap kelompok diisikan ke dalam tabel di bawah ini:**

Wo (g)	Ws (g)	Wi (g)	% Kadar Air

- Presentasikan data hasil pengamatan Anda untuk setiap kelompok dan berikan kesimpulan dari hasil analisis penentuan kadar air dengan metoda oven tersebut!
- Buatlah laporan dan kumpulkan laporannya!

Lembar Kerja 2 : Lakukan analisis kadar air untuk sampel yang mudah menguap/rempah-rempah atau sampel yang mengandung kadar gula tinggi.

Prinsip : Menguapkan air dengan "pembawa" cairan kimia yang mempunyai titik didih lebih tinggi daripada air dan tidak dapat campur dengan air serta mempunyai berat jenis lebih rendah dari pada air.

Alat : Dean-Stark Apparatus

Bahan : - Toluen/Xylol/Toluol/Benzen
- Rempah-rempah, madu dll.

Cara Kerja :

1. Dihaluskan sejumlah contoh yang telah dipersiapkan.
2. Ditimbang sebanyak 40 gram contoh sehingga banyaknya volume air yang tertampung dalam penampung berkisar antara 4 – 5 ml.
3. Dipindahkan contoh kedalam labu destilasi, ditambahkan toluen secukupnya (kira – kira 75ml), dikocok perlahan – lahan seningga tercampur dengan sempurna dan semua contoh terendam. Ditambahkan juga kedalam labu destilasi beberapa butir batu didih.
4. Dipasang alat destilasi dan isi penampung dengan toluen melalui pendingin sampai meluap kedalam labu destilasi jika perlu sisip sumbat kapas yang longgar dibagian atas pendingin atau dipasang sebuah tabung pengering kecil yang berisi kalium khlorida untuk mencegah pengembangan uap air dari udara didalam tabung pendingin.
5. Dipasang labu sedemikan rupa sehingga kecepatan destilasi adalah kira – kira 100tetes per menit. Bila sebagian besar air yang telah tersuling, dinaikan kecepatannya kira – kira 200 tetes per menit, dan diteruskan sehingga tidak ada lagi air yang tertampung.
6. Sewaktu pemanasan berlangsung, sekali – kali dibersihkan dinding sebelah dalam pendingin dengan sedikit toluene, untuk membilas air yang mungkin melekat pada dinding pendingin
7. Air didalam penampung dapat dipaksa untuk memisah dari toluen, sehingga seluruh air mengendap pada dasar penampung.
8. Destilasi dihentikan apabila setelah 30 menit air tidak lagi bertambah dalam penampung.
9. Dibilas pendingin dengan toluen, bila diperlukan gunakan kawat tembaga berujung spiral untuk melepaskan tetes – tetes air yang ada. Didinginkan penampung sampai suhu kamar atau apabila lapisan toluen telah menjadi jernih.

10. Kemudian dibaca volume air dalam penampung yang dapat dinyatakan sebagai bobot air karena rapat massa air tepat 1gram/ml. Dihitung kadar air bahan degan rumus.

5. Tes Formatif

1. Apa yang dimaksud dengan kadar air suatu bahan?
2. Jelaskan perbedaan prinsip analisis kadar air metode oven dengan analisis kadar air metode destilasi!
3. Jelaskan kelemahan dan sumber-sumber kesalahan pada analisis kadar air metode oven!
4. Apa yang dimaksud dengan bobot konstan?
5. Jelaskan hal-hal yang harus diperhatikan untuk mengurangi faktor kesalahan dalam analisis kadar air metode oven!

C. PENILAIAN

1. Sikap

Skala penilaian sikap dibuat dengan rentang antara 1 s.d 4.

1 = BT (belum tampak) *jika* sama sekali tidak menunjukkan usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas

2 = MT (mulai tampak) *jika* menunjukkan sudah ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas tetapi masih sedikit dan belum ajeg/konsisten

3 = MB (mulai berkembang) *jika* menunjukkan ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas yang cukup sering dan mulai ajeg/konsisten

4 = MK (membudaya) *jika* menunjukkan adanya usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas secara terus-menerus dan ajeg/konsisten

No.	Sikap	Religius				Disiplin				Tanggug jawab				Peduli				Responsif				Teliti				Jujur				Santun			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Mengamati																																
2	Menanya																																
3	Mengeksplorasi																																
4	Mengasosiasikan																																
5	Mengkomunikasikan																																

2. Pengetahuan

1. Jelaskan hal-hal penting yang dapat meyebabkan kesalahan dalam analisis kadar air metode oven dan teknik-teknik untuk mengatasi kesalahan tersebut!
2. Jelaskan teknik penentuan kadar air untuk bahan yang mengandung kadar air tinggi dan senyawa yang mudah menguap!
3. Metode apa yang cocok untuk menentukan kadar air suatu bahan yang mengandung kadar gula tinggi?

3. Keterampilan

NO	ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
		1	2	3
1.	Menyiapkan alat untuk praktikum analisis kadar air			
2.	Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum analisis kadarair			
3.	Menggunakan metode analisis kadar air sesuai jenis sampel yang akan ditentukan.			
4.	Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa			
5.	Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur			
6.	Melakukan pengamatan saat praktikum analisis kadar air berlangsung			
7.	Melakukan pencatatan data hasil analisis			
8.	Menghitung/mengolah data hasil pengamatan			
9.	Membuat laporan hasil praktum analiasis kadar air			
10.	Membersihkan lingkungan praktikum di laboratorium			

Rubrik :

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
Menyiapkan alat untuk praktikum analisis kadar air	Alat tidak disiapkan	Alat disiapkan tidak sesuai dengan diperlukan untuk analisis kadar air	Alat disiapkan sesuai dengan yang diperlukan untuk analisis kadar air
Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum analisis kadar air	Bahan yang digunakan tidak lengkap	Bahan yang digunakan lengkap untuk analisis kadar air tapi ada yang tidak dibutuhkan	Bahan yang digunakan lengkap untuk analisis kadar air dan sesuai dengan yang dibutuhkan
Memilih metode analisis sesuai dengan jenis sampel yang akan dianalisis	Pemilihan metode analisis tidak sesuai dengan jenis bahan dan tidak sesuai standar yang ditentukan	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan tidak sesuai standar yang ditentukan	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan standar yang ditentukan
Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa kadar airnya	Tidak melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis kadar airnya	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis belum optimal	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis dengan optimal
Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur	Langkah kerja tidak sesuai prosedur	Sebagian langkah kerja ada yang salah	Semua langkah kerja benar dan sesuai prosesur
Melakukan pengamatan saat praktikum berlangsung	Pengamatan tidak cermat	Pengamatan cermat, tetapi mengandung interpretasi	Pengamatan cermat dan bebas interpretasi
Melakukan pencatatan data	Data pengamatan tidak dicatat	Data pengamatan dicatat tetapi ada kesalahan	Data pengamtan dicatat dengan lengkap

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
pengamatan			
Menghitung/ mengolah data hasil pengamatan	Perhitungan data hasil pengamatan salah	Perhitungan data hasil pengamatan benar tetapi tidak sesuai dengan rumus	Perhitungan data hasil pengamatan benar dan lengkap sesuai rumus
Membuat laporan hasil praktikum analisis kadar air	Laporan hasil praktikum tidak dibuat	Laporan hasil praktikum dibuat dengan rapi dan tidak lengkap	Laporan hasil praktikum dibuat dengan rapi dan lengkap
Membersihkan lingkungan tempat praktikum	Lingkungan tempat praktikum tidak dibersihkan	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan tetapi tidak rapi	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan dengan rapi.

Kegiatan Pembelajaran 3. Analisis Kadar Abu dan Mineral

A. Deskripsi

Analisis kadar abu dan mineral merupakan salah satu kompetensi dasar dari mata pelajaran kimia analitik terapan. Kompetensi dasar ini bertujuan untuk memantapkan pemahaman fakta, konsep, prinsip dan prosedur serta metakognitif mengenai kandungan kadar abu dan mineral dalam suatu bahan tertentu secara aplikatif. Pembelajaran ini meliputi teknik dasar, prinsip, alat dan bahan yang digunakan, metoda analisis, prosedur analisis, perhitungan hasil analisis dan teknik laporan hasil analisis kadar abu dan mineral. Pelaksanaannya meliputi langkah-langkah pembelajaran mengamati, menanya, mengeksplorasi keterampilan proses dalam bentuk eksperimen, mengasosiasi, dan mengkomunikasikan hasil pengamatan, kesimpulan berdasarkan hasil analisis secara lisan, tertulis, atau media lainnya. Media yang digunakan meliputi alat dan bahan praktikum serta In focus. Penguasaan materi dievaluasi/dinilai melalui sikap, pengetahuan dan keterampilan.

B. Kegiatan Belajar

1. Tujuan Pembelajaran

Setelah mempelajari materi ini perserta didik mampu :

a. Menerapkan teknik penentapan kadar abu dan mineral dalam suatu bahan.
b. Melaksanakan analisis penetapan kadar abu dan mineral dalam suatu bahan.

2. Uraian Materi

a. Pengertian Abu dan Mineral

Abu adalah nama yang diberikan pada semua residu non-cair yang tersisa setelah sampel dibakar, dan sebagian besar terdiri dari oksida logam atau zat anorganik sisa hasil pembakaran (pengabuan) suatu bahan organik. Pengabuan tersebut merupakan proses mineralisasi untuk zat

prekonsentrasi demi kepentingan analisis kimia. Pengabuan merupakan tahapan persiapan contoh yang harus dilakukan dalam anailisis elemen-elemen mineral (individu).

Secara umum abu terdiri dari garam material anorganik (misal garam yang mengandung ion Na^+, K^+, dan lain-lain). Terkadang juga mengandung mineral tertentu misal klorofil dan hemoglobin. Contoh abu:

- Oksida: Al_2O_3, CaO, Fe_2O_3, MgO, MnO, P_2O_5, K_2O, SiO_2.
- Karbonat: Na_2CO_3 (abu soda), K_2CO_3 (*potash*).
- Bikarbonat: $NaHCO_3$ (*baking soda*).

Kandungan abu dan komposisinya tergantung dari jenis bahan dan cara pengabuannya. Kadar abu memiliki hubungan dengan mineral suatu bahan. Mineral yang terdapat dalam suatu bahan dapat merupakan dua macam garam yaitu garam organik dan garam anorganik. Contoh mineral yang termasuk dalam garam organik misalnya garam-garam asam mallat, oksalat, asetat. Sedangkan garam anorganik antara lain dalam bentuk garam fosfat, karbonat, klorida, sulfat dan nitrat (Selamet, dkk., 1989: 150). Selain kedua garam tersebut, kadang-kadang mineral berbentuk sebagai senyawa komplek yang bersifat organis, yaito khlorofil dan hemoglobin.

Bahan pangan terdiri dari 96% bahan anorganik dan air, sedangkan sisanya merupakan unsur-unsur mineral. Unsur juga dikenal sebagai zat organik atau kadar abu. Kadar abu tersebut dapat menunjukan total mineral dalam suatu bahan pangan. Bahan-bahan organik dalam proses pembakaran akan terbakar tetapi komponen anorganiknya tidak, karena itulah disebut sebagai kadar abu. Produk perikanan memiliki kadar abu yang berbeda-beda. Standar mutu ikan segar berdasar SNI 01-2354.1-2006, ialah memiliki kadar abu kurang dari 2%. Produk olahan hasil diversifikasi dari jelly fish product (kamaboko) yang tidak diolah menjadi surimi dahulu memiliki standar kadar abu antara 0,44 – 0,69% menurut

SNI 01-2693-1992. Contoh jelly fish product, yakni otak-otak, bakso dan kaki naga.

Secara umum, ada dua jenis mineral, yaitu makromineral dan mikromineral. Mineral utama (mayor) atau makromineral adalah mineral yang perlukan oleh tubuh lebih dari 100 mg sehari, sedangkan mineral minor (*trace elements*) atau mikromineral adalah mineral yang perlukan kurang dari 100 mg sehari. Contoh makromineral adalah: kalsium, tembaga, fosfor, kalium, natrium dan klorida, sedangkan mikromineral adalah: kromium, magnesium, yodium, besi, flor, mangan, selenium dan zinc. Pembedaan jenis mineral tersebut berdasarkan jumlah yang diperlukan (Samsudin 1992).

Makromineral adalah mineral yang dibutuhkan oleh tubuh kita di atas 100 miligram per harinya. Contoh dari makromineral ini adalah kalsium, kalium, dan klorida. Sedangkan mikromineral adalah mineral yang dibutuhkan oleh tubuh kita di bawah 100 miligram per harinya. Contohnya adalah zat besi, zinc, dan yodium. Komponen mineral suatu bahan sangat bervariasi baik macam dan jumlahnya. Sebagai gambaran dapat dikemukakan beberapa sampel sebagai berikut :

- **Kalsium (Ca)**

  Di antara komponen mineral yang ada, kalsium relatif tinggi pada susu dan hasil olahannya, serealia, kacang-kacangan, ikan, telur dan buah-buahan. Sebaliknya bahan yang kandungan kalsium sedikit adalah gula, pati dan minyak. Kalsium adalah mineral yang terbanyak terdapat dalam tubuh manusia yaitu lebih daripada 90% bahan keras dalam tulang dan gigi. Ca diperlukan untuk pembentukan tulang yang kuat serta gigi. Ca juga untuk pembekuan darah, penghantaran impuls saraf, dan kontraksi otot. Peranan penting kalsium ialah mencegah penyakit osteoporosis. Sumber : Susu, sayur-sayuran, daun-daunan, ikan kecil yang dimakan seluruhnya.

- **Fosfor (P)**

  Bahan yang mengandung banyak fosfor adalah susu dan olahannya, daging, ikan daging unggas, telur dan kacang-kacangan.

- **Besi (Fe)**

  Besi (Fe) adalah logam yang berasal dari bijih besi (tambang) yang banyak digunakan untuk kehidupan manusia sehari-hari. Dalam tabel periodik, besi mempunyai simbol **Fe** dan nomor atom 26. Besi juga mempunyai nilai ekonomis yang tinggi. Besi adalah logam yang paling banyak dan paling beragam penggunaannya. Hal itu karena beberapa hal, diantaranya:

  - Kelimpahan besi di kulit bumi cukup besar
  - Pengolahannya relatif mudah dan murah
  - Besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi

  Salah satu unsur penting dalam proses pembentukan sel darah merah adalah zat besi. Bahan yang kaya mineral besi adalah tepung gandum, daging, unggas, ikan, *seafood*, telur. Sedangkan makanan yang sedikit mengandung besi adalah susu dan olahannya, buah-buahan dan sayur-sayuran.

- **Natrium (Na)**

  Bahan yang banyak mengandung natrium adalah garam yang banyak digunakan sebagai *ingredient* (bumbu), *salted food*.

- **Kalium (K)**

  Bahan yang banyak mengandung mineral kalium ialah susu dan hasil olahannya, buah-buahan, serealia, daging, ikan, unggas, telur, dan sayur-sayuran.

- **Magnesium (Mg)**

  Bahan yang banyak mengandung magnesium adalah kacang-kacangan, serealia, sayuran, buah-buahan dan daging.

- **Belerang (S)**

  Belerang banyak terdapat dalam bahan yang kaya akan protein seperti susu, daging, kacang-kacangan, telur.

- **Kobalt (Co)**

  Bahan yang kaya mineral kobalt adalah sayur-sayuran dan buah-buahan.

- **Seng (Zn)**

  Seng (bahasa Belanda: *zink*) adalah unsur kimia dengan lambang kimia Zn, nomor atom 30, dan massa atom relatif 65,39. Zinc merupakan unsur pertama golongan 12 pada tabel periodik. Beberapa aspek kimiawi seng mirip dengan magnesium. Seng merupakan unsur paling melimpah ke-24 di kerak Bumi dan memiliki lima isotop stabil. Bijih seng yang paling banyak ditambang adalah sfalerit (seng sulfida). Seng merupakan logam yang berwarna putih kebiruan, berkilau, dan bersifat diamagnetik. Walau demikian, kebanyakan seng mutu komersial tidak berkilau. Seng sedikit kurang padat daripada besi dan berstruktur kristal heksagonal. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan suhu, namun menjadi dapat ditempa antara 100 sampai dengan 150 °C. Di atas 210 °C, logam ini kembali menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi bubuk dengan memukul-mukulnya. Seng juga mampu menghantarkan listrik. Dibandingkan dengan logam-logam lainnya, seng memiliki titik lebur (420 °C) dan tidik didih (900 °C) yang relatif rendah. Dan sebenarnya pun, titik lebur seng

merupakan yang terendah di antara semua logam-logam transisi selain raksa dan kadmium. Bahan makanan hasil laut (*seafood*) merupakan bahan yang banyak mengandung unsur seng.

- **Fosfor (P)**

  Fungsi : bahan pembentuk tulang dan gigi,bagian penting inti sel dalam proses oksidasi, mengatur asam basa cairan dalam darah. Sumber : susu, daging, kacang-kacangan, padi-padian.

- **Tembaga (Cu)**

  Fungsi : Dalam peristiwa oksidasi tertentu, dalam pembentukan hemoglobin. Sumber : daging, hati, kacang-kacangan, padi-padian, sayur-sayuran.

- **Natrium (Na)** Fungsi :mengatur tekanan osmosis dalam darah, kenetralan cairan tubuh, pengerutan otot jantung. Sumber : Garam dapur, bahan makanan dari laut, bahan makanan dari hewan.

- **Kalium (K)**

  Fungsi : Diperlukan dalam semua sel, mengatur tekanan osmosis dan kenetralan cairan tubuh. Sumber : Sayur-sayuran,padi-padian, kacang-kacangan.

- **Klor (Cl)**

  Fungsi : berperan dalam Pembentukan asam klorida lambung, keseimbangan elekrolit, mencegah kerusakan gigi. Sumber : Garam dapur, bahan makanan dari laut, bahan makanan dari hewan.

- **Yodium (J)**

  Fungsi : Sebagai Pembentukan hormon trioksin. Sumber : bahan makanan dari laut, tumbuhan disekitar laut, garam dapur.

Kegiatan : 1

- Carilah contoh jenis mineral lain yang banyak dibutuhkan oleh tubuh, dan lengkapi dengan data-data: nama mineral, sifat, fungsi, sumber, gambar dan keterangan lainnya, melalui informasi dari data referensi, hasil penelitian orang lain dan lain-lain.
- Diskusikan hasil pengamatan Anda dengan teman sekelompok dan presentasikan hasil diskusi tersebut tiap-tiap kelompok di depan kelas. Buatlah pertanyaan-pertanyaan tentang kandungan abu dan mineral dalam suatu bahan tersebut.
- Masing-masing kelompok buatlah kesimpulan.

b. Peralatan Analisis Kadar Abu dan Mineral

Beberapa alat yang biasa digunakan dalam melakukan analisis abu dan mineral adalah alat-alat yang digunakan analisis secara gravimetri antara lain:

1. Cawan/Krus

Cawan/krusibel digunakan sebagai wadah sampel dalam proses pengabuan. terbuat dari porselen atau logam inert. Krus porselen bentuk dan ukurannya bermacam-macam; digunakan untuk memijarkan zat dan untuk mengabukan bahan. Jenis bahan yang digunakan untuk pembuatan cawan antara lain adalah kuarsa, *vycor*, porselen, besi, nikel, platina, dan campuran emas-platina. Cawan porselen paling umum digunakan untuk pengabuan karena beratnya relatif konstan setelah pemanasan berulang-

ulang dan harganya yang murah. Meskipun demikian cawan porselen mudah retak, bahkan pecah jika dipanaskan pada suhu tinggi dengan tiba-tiba (Andarwulan 2010) .

Gambar 21. Krus Porselen

http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

Gambar 22. Krus Platina

http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

2. Desikator

Desikator ada yang terbuat dari gelas dan ada yang terbuat dari logam aluminium.

a. Desikator yang terbuat dari gelas (Gambar 23. a), garis tengah permukaannya ±15 cm, mempunyai tutup dan lapisan berlubang-lubang untuk menempatkan cawan porselen. Zat pengering yang ditempatkan dalam desikator gelas adalah silika gel. Disekator ini digunakan untuk menyimpan cawan porselen sewaktu dilakukan pemijaran dan penimbangan.

b. Desikator yang terbuat dari logam aluminium (Gambar 23. b.), disebut juga eksikator. Bentuk dan ukurannya bermacam-macam. Didalamnya terdapat lempeng porselen yang berlubang-lubang untuk menyimpan cawan porselen atau tempat lain yang diisi dengan zat yang akan dikeringkan. Di bawah porselen berlubang ditempatkan zat pengering, misalnya asam sulfat pekat, kalsium oksida atau silika gel.

(a) berluang besar (b) berlubang kecil

Gambar 23. Penyimpan krus

http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

3. **Penjepit krus (*Crusible tangs*)**

Crusible tangs adalah alat yang digunakan untuk menjepit botol timbang dan gelas arloji saat menimbang atau untuk memindahkan botol timbang dan gelas arloji dari oven ke eksikator atau sebaliknya.

Gambar 24 Penjepit krus (*Crusible tongs*)
http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

4. **Tanur/muffel/furnace**

Tanur/muffel/furnace adalah alat yang digunakan untuk pemanasan, dengan menggunakan suhu tinggi sampai dengan 1000 oC dan biasa dignakan untuk menganalisis kadar abu. *Furnace* Berasal dari bahasa latin yaitu *fornax* yang memiliki arti pemanas. Pertama kali ditemukan di Balakot, peradaban lembah Indus (2500–1900 SM), digunakan untuk pemanasan keramik. Dalam era modern, perkembangan teknologi *furnace* semakin pesat seiring dengan bertambahnya waktu. Penggunaan f*urnace* sebagai alat untuk pemanas tidak lagi menggunakan sistem konvensional. Saat ini telah ditemukan dan dikembangkan penggunaan *furnace* dengan

menggunakan sistem elektrik dengan berbagai kelebihan yang dimiliki. Seperti penggunaan temperatur yang tinggi dalam waktu singkat, temperatur dapat diatur sesuai kebutuhan, kerugian akibat penguapan udara panas sangat kecil, serta pengaturan kestabilan temperatur yang lebih baik (Gambar 25).

Gambar 25. Tanur/Furnace

http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

5. Oven

Oven berfungsi untuk mengeringkan peralatan sebelum digunakan, dan untuk mengeringkan bahan pada proses penentuan kadar abu dan mineral.

Gambar 26. Oven
http://irfhalaborat.orium.indonetwork.co.id/

6. Timbangan/neraca analitik

Alat ini berfungsi untuk menimbang bahan dengan ketelitian tinggi (0.0001 gram). Serta digunakan untuk menimbang bahan kimia dalam proses pembuatan larutan untuk uji kuantitatif dan proses standarisasi. Selain itu berfungsi untuk menimbang sampel / bahan dalam analisis kuantitatif. Neraca analitik jenis ini yang sering digunakan di laboratorium kimia.

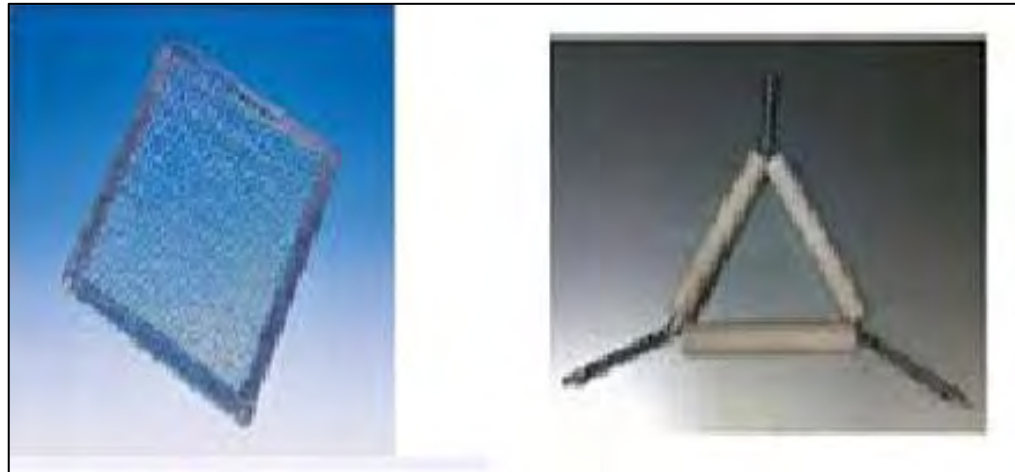
Gambar 27. Timbangan
http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

7. Lampu spirtus/bunsen dan kaki tiga

Gambar 28. Kaki Tiga
http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

Gambar 29. Lampu Spirtus
http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

8. Kawat Kasa

Kawat Kasa digunakan sebagai perata panas sekaligus alas wadah yang dipanaskan. Segi tiga porselen digunakan sebagai alat penopang wadah bahan-bahan seperti cawan porselen yang dipanaskan diatas kaki tiga.

Gambar 30. Kuarsa Dan Segi Tiga Porselen
http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

c. Bahan Kimia untuk Analisis Abu dan Mineral

1. HNO3 (Asam Nitrat)

Asam Nitrat atau *nitric acid* atau *aqua fortis*, dengan rumus kimia HNO_3 adalah asam kuat yang sangat korosif. Berdasarkan sifatnya, asam nitrat dikelompokkan sebagai salah satu bahan kimia berbahaya atau B3. Senyawa kimia asam nitrat (HNO_3) adalah sejenis cairan korosif yang tak berwarna, dan merupakan asam beracun yang dapat menyebabkan luka bakar. Larutan asam nitrat dengan kandungan asam nitrat lebih dari 86% disebut sebagai asam nitrat berasap, dan dapat dibagi menjadi dua jenis asam, yaitu asam nitrat berasap putih dan asam nitrat berasap merah.

Penambahan asam nitrat dalam penetapan kadar abu dan mineral dapat digunakan untuk sampel dalam bahan yang sangat sulit mengalami oksidasi. Penambahan larutan pengoksidasi tersebut dilakukan untuk mempercepat proses pengabuan.. Dalam proses pengabuan, bahan organik dibakar habis dalam *muffle furnace* dengan menaikkan suhu perlahan-

lahan, yaitu 500–600^{o}C, tergantung bahan. Pengabuan awal dilakukan perlahan-lahan agar bahan tak terbawa pergi oleh nyala api.

2. **H_2SO_4 (Asam Sulfat)**

Asam sulfat, H_2SO_4, merupakan asam mineral (anorganik) yang kuat. Zat ini larut dalam air pada semua perbandingan. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan dan merupakan salah satu produk utama industri kimia. Kegunaan utamanya termasuk pemrosesan bijih mineral, sintesis kimia, pemrosesan air limbah dan pengilangan minyak.

Asam sulfat terbentuk secara alami melalui oksidasi mineral sulfida, misalnya besi sulfida. Air yang dihasilkan dari oksidasi ini sangat asam dan disebut sebagai air asam tambang. Air asam ini mampu melarutkan logam-logam yang ada dalam bijih sulfida, yang akan menghasilkan uap berwarna cerah yang beracun. Oksidasi besi sulfida pirit oleh oksigen molekuler menhasilkan besi(II), atau Fe2+. Asam sulfat, sering ditambahkan ke dalam sample untuk membantu mempercepat terjadinya reaksi oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang kuat.

3. **Hidrogen Klorida (HCl)**

Hidrogen klorida (HCl) adalah asam monoprotik, yang berarti bahwa ia dapat berdisosiasi melepaskan satu H^+ hanya sekali. Dalam larutan asam klorida, H^+ ini bergabung dengan molekul air membentuk ion hidronium, H_3O^+. Asam klorida adalah larutan akuatik dari gas hidrogen klorida (HCl). HCL adalah asam kuat dan merupakan komponen utama dalam asam lambung. Senyawa ini juga digunakan secara luas dalam industri. Asam klorida harus ditangani dengan hati-hati dengan keselamatan yang tepat karena merupakan cairan yang sangat korosif. Senyawa hidrogen klorida mempunyai rumus HCl. Pada suhu kamar, HCl adalah gas tidak berwarna yang membentuk kabut putih Asam klorida ketika melakukan kontak dengan kelembaban udara. Gas hidrogen klorida dan asam klorida adalah senyawa yang penting dalam bidang teknologi dan industri. Ion lain yang

terbentuk adalah ion klorida, Cl^-. Asam klorida oleh karenanya dapat digunakan untuk membuat garam *klorida*, seperti natrium klorida (NaCl). Asam klorida adalah asam kuat karena dapat berdisosiasi penuh dalam air. Asam monoprotik memiliki satu tetapan disosiasi asam,K_a, yang mengindikasikan tingkat disosiasi zat tersebut dalam air. Untuk asam kuat seperti HCl, nilai K_a cukup besar. Beberapa usaha perhitungan teoritis telah dilakukan untuk menghitung nilai K_a HCl. Ketika garam klorida seperti NaCl ditambahkan ke larutan HCl, ia tidak akan mengubah pH larutan secara signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa Cl^- adalah konjugat basa yang sangat lemah dan HCl secara penuh berdisosiasi dalam larutan tersebut. Untuk larutan asam klorida yang kuat, asumsi bahwa molaritas H^+ sama dengan molaritas HCl cukup baik, dengan ketepatan mencapai empat digit angka bermakna.

4. **Bahan-bahan kimia lain yaitu** : **Alkohol/gliserol, Asam Perklorat, dan Potasium Sulfat.**

Menambahkan campuran gliserol-alkohol ke dalam sampel sebelum diabukan ketika proses pemanasan dilakukan maka akan terbentuk kerak yang poreus. Oleh sebab itu oksidasi bahan menjadi lebih cepat dan kadar abu dalam bahan tidak terpengaruh oleh gliserol-alkohol tersebut. Menambahkan hydrogen peroksida pada sampel sebelum pengabuan dapat membantu proses oksidasi buatan.

Asam perklorat ($HClO_4$) pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksidasi, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat kuat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak *(explosive)* sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaan harus sangat hati-hati.

d. Prinsip Analisis Kadar Abu Dan Mineral

Menurut Winarno (1991), kadar abu yang yang terukur merupakan bahan-bahan anorganik yang tidak terbakar dalam proses pengabuan, sedangkan bahan-bahan organik terbakar. Untuk menentukan kandungan mineral pada bahan makanan, bahan harus dihancurkan/didestruksi terlebih dahulu. Cara yang biasa dilakukan yaitu pengabuan kering (dry ashing) atau pengabuan langsung dan pengabuan basah (wet digestion).

Prinsip penentuan kadar abu ialah dengan menimbang berat sisa mineral hasil pembakaran bahan organik pada suhu 550°C. Penetuan kadar abu dapat dilakukan secara langsung dengan membakar bahan pada suhu tinggi (500-600°C) selama 2-8 jam dan kemudian menimbang sisa pembakaran yang tertinggal sebagai abu (AOAC 2005). Pengabuan dilakukan untuk menentukan jumlah mineral yang terkandung dalam bahan. Penentuan kadar mineral bahan secara asli sangatlah sulit, sehingga perlu dilakukan dengan menentukan sisa hasil pembakaran dari garam mineral bahan tersebut. Pengabuan dapat menyebabkan hilangnya bahan-bahan organik dan anorganik, sehingga terjadi perubahan radikal organik dan terbentuk elemen logam dalam bentuk oksida atau bersenyawa dengan ion-ion negatif (Anonim, 2008).

Kadar abu suatu bahan ditetapkan pula secara gravimetri. Penentuan kadar abu merupakan cara pendugaan kandungan mineral bahan pangan secara kasar. Bobot abu yang diperoleh sebagai perbedaan bobot cawan berisi abu dan cawan kosong. Apabila suatu sampel di dalam cawan abu porselen dipanaskan pada suhu tinggi sekitar 650^{o}C akan menjadi abu berwarna putih. Ternyata di dalam abu tersebut dijumpai garam-garam atau oksida-oksida dari K, P, Na, Mg, Ca, Fe, Mn, dan Cu, disamping itu terdapat dalam kadar yang sangat kecil seperti Al, Ba, Sr, Pb, Li, Ag, Ti, As, dan lain-lain.

Tugas : 2

Berkaitan dengan materi penentuan kadar abu dan mineral, pilihlah suatu bahan sebagai obyek pengamatan, misal : kertas, kayu, gula, dan ikan dan lain-lain. Kemudian amati benda tersebut dengan indra Anda.

- Lakukan pengabuan dengan cara membakar terhadap benda tersebut sampai menjadi abu, amati apa yang terjadi dan catat hasil pengamtannya.
- Buatlah laporan tertulis tentang deskripsi obyek tersebut. Lakukan analisis, adakah hasil pengabuan pada bahan itu yang belum dapat diamati. Presentasikan ide anda, bagaimana cara mengamati dan menyimpulkannya.

e. Metode Analisis Kadar Abu dan Mineral

Pemilihan metode pengabuan untuk analisis kadar abu dan mineral tergantung pada sifat zat organik dalam bahan, sifat zat anorganik yang ada di dalam bahan, mineral yang akan dianalisis serta sensitivitas cara yang digunakan. (Apriyantono, et.al, 1989)

Metode yang sering dilakukan dalam proses pengabuan suatu bahan ada dua macam, yaitu cara kering (langsung) dan cara tidak langsung (cara basah).

a. Pengabuan cara kering (langsung)

Pengabuan cara kering dilakukan dengan mengoksidasikan zat-zat organik pada suhu 500-600^oC, kemudian melakukan penimbangan zat-zat tertinggal. Pengabuan cara kering digunakan untuk penentuan total abu, abu larut, abu tidak larut air dan tidak larut asam. Waktu yang dibutuhkan untuk proses pengabuan lama, suhu yang diperlukan tinggi, serta untuk analisis sampel dalam jumlah yang banyak. Pengabuan dilakukan melalui 2 tahap yaitu :

a) Pemanasan pada suhu 300^oC yang dilakukan dengan maksud untuk dapat melindungi kandungan bahan yang bersifat volatil dan bahan berlemak hingga kandungan asam hilang. Pemanasan dilakukan sampai asap habis.

b) Pemanasan pada suhu 800^oC yang dilakukan agar perubahan suhu pada bahan maupun porselin tidak secara tiba-tiba agar tidak memecahkan krus yang mudah pecah pada perubahan suhu yang tiba-tiba.

Pengabuan kering dapat diterapkan pada hampir semua analisa mineral, kecuali mercuri dan arsen. Pengabuan kering dapat dilakukan untuk menganalisa kandungan Ca, P, dan Fe akan tetapi kehilangan K dapat terjadi apabila suhu yang digunakan terlalu tinggi. Penggunaan suhu yang terlalu tinggi juga akan menyebabkan beberapa mineral menjadi tidak larut.

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan dalam melakukan pengabuan cara kering, yaitu mengusahakan suhu pengabuan yang digunakan dapat ditentukan sedemikian rupa, sehingga tidak terjadi kehilangan elemen secara mekanis karena penggunaan suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan terjadinya penguapan beberapa unsur, seperti K, Na, S, Ca,

Cl, dan P. Selain itu suhu pengabuan juga dapat menyebabkan dekomposisi senyawa tertentu misalnya K_2CO_3, $CaCO_3$, $MgCO_3$. Menurut Whichman (1940, 1941), K_2CO_3 terdekomposisi pada suhu 700^oC, $CaCO_3$ terdekomposisi pada 600 – 650^oC sedangkan CO_3 terdekomposisi pada suhu 300 – 400 ^oC. Tetapi bila ketiga garam tersebut berada bersama-sama akan membentuk senyawa karbonat kompleks yang lebih stabil.

Kehilangan komponen abu selama pengabuan dapat diketahui seperti pada tabel berikut:

Tabel 7. Persen kehilangan garam selama pengabuan

Garam	**250^oC 16 jam**	**450^oC 1-3 jam**	**650^oC 8 jam**	**700^oC 8 jam**	**780^oC 8 jam**
Kalium klorida	-	0,99	0,37	1,36	8,92
Kalium sulfat	-	1,11	0,33	0,00	0,00
Kalium karbonat	-	1,53	0,07	1,01	2,45
Kalsium klorida	-	1,92	0,93	14,31	Mencair
Kalsium sulfat	-	1,37	0,40	0,00	0,00
Kalsium karbonat	-	0,22	42,82*)	-	-
Kalsium oksida	-	3,03	0,55	0,00	0,00
Magnesium sulfat	31,87	32,61	0,33	-	-
Magnesium klorida	74,72	78,28	0,30	-	0,00

*) sebagai kalsium oksida
Sumber : Joslyn, 1970 dalam Slamet Sudarmadji dkk

Pengabuan dengan cara langsung memiliki kelebihan dan kelemahan. Beberapa kelebihan dari cara langsung, antara lain:

1. Digunakan untuk penentuan kadar abu total bahan makanan dan bahan hasil pertanian, serta digunakan untuk mendeteksi sampel yang relatif banyak.

2. Digunakan untuk menganalisa abu yang larut dan tidak larut dalam air, serta abu yang tidak larut dalam asam,
3. Tanpa menggunakan regensia sehingga biaya lebih murah dan tidak menimbulkan resiko akibat penggunaan reagen yang berbahaya.

Sedangkan kelemahan dari cara langsung, antara lain :

- Membutuhkan waktu yang lebih lama,
- Memerlukan suhu yang relatif tinggi,
- Adanya kemungkinan kehilangan air karena pemakaian suhu tinggi.

b. Pengabuan cara basah (tidak langsung)

Pengabuan basah merupakan salah satu metode yang sering juga dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang sering memakan waktu lama. Metode pengabuan cara basah adalah memberikan reagen kimia tertentu ke dalam bahan sebelum digunakan untuk pengabuan (Slamet, dkk., 1989:156). Pengabuan cara basah dilakukan dengan menambahkan senyawa tertentu pada bahan yang diabukan sepeti gliserol, alkohol, asam sulfat atau asam nitrat. Beberapa kelebihan dan kelemahan yang terdapat pada pengabuan cara tidak langsung. Kelebihan dari cara tidak langsung, meliputi :

a. Waktu yang diperlukan relatif singkat,
b. Suhu yang digunakan relatif rendah,
c. Resiko kehilangan air akibat suhu yang digunakan relatif rendah,
d. Dengan penambahan gliserol alkohol dapat mempercepat pengabuan,
e. Penetuan kadar abu lebih baik.

Sedangkan kelemahan yang terdapat pada cara tidak langsung, meliputi :

a. Hanya dapat digunakan untuk trace elemen dan logam beracun,
b. Memerlukan regensia yang kadangkala berbahaya, dan
c. Memerlukan koreksi terhadap regensia yang digunakan.

Contoh reagen kimia yang dapat ditambahkan ke dalam bahan yaitu:

Asam sulfat, sering ditambahkan ke dalam sampel untuk membantu mempercepat terjadinya reaksi oksidasi. Penambahannya dapat dilakukan dengan cara :

1. Campuran asam sulfat dan potassium sulfat. Potassium sulfat yang dicampurkan pada asam sulfat akan menaikkan titik didih asam sulfat sehingga suhu pengabuan dapat ditingkatkan.
2. Campuran asam sulfat, asam nitrat yang merupakan oksidator kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu degesti sampai 350^{0}C, sehingga komponen yang mudah pada suhu tinggi dapat tetap dipertahankan dalam abu dan penentun kadar abu lebih baik.
3. Penggunaan asam perklorat dan asam nitrat dapat digunakan untuk bahan yang sangat sulit mengalami oksidasi.

f. Melaksanakan Analisis Abu dan Mineral

Penentuan kandungan mineral dalam bahan (material) dapat dilakukan dengan dua cara yaitu dengan penentuan abu total dan penentuan individu komponen mineral (makro & *trace* mineral) menggunakan titrimetrik, spektrofotometer AAS (*atomic absorption spectrofotometer*). Penentuan abu total dapat dilakukan melalui pengabuan secara kering atau langsung dan pengabuan secara basah atau tidak langsung. Sebagian besar bahan makanan, yaitu sekitar 96% terdiri dari bahan organik dan air. Sisanya terdiri dari unsur-unsur mineral (Winarno, 1992).

Kegiatan : 3

Setelah Anda mengetahui kadar abu terutama sebagian dalam bahan makanan, yaitu sekitar 96% terdiri dari bahan organik dan air. Sisanya terdiri dari unsur-unsur mineral. Carilah beberapa contoh bahan yang ada di alam ini beserta kandungan kadar abu atau mineralnya melalui referensi atau internet atau pustaka lainnya. Catat datanya dalam tabel :

No	Jenis Bahan	Kadar Abu
1.	....	....
2.	....	....
3.	....	....
4.	....	....
5.	....	....
Dst		

Penentuan abu total dilakukan dengan tujuan untuk menentukan baik tidaknya suatu proses pengolahan, mengetahui jenis bahan yang digunakan, serta dijadikan parameter nilai gizi dalam bahan makanan.

Tahapan analisis penentapan kadar abu dan mineral dalam suatu bahan atau sampel adalah:

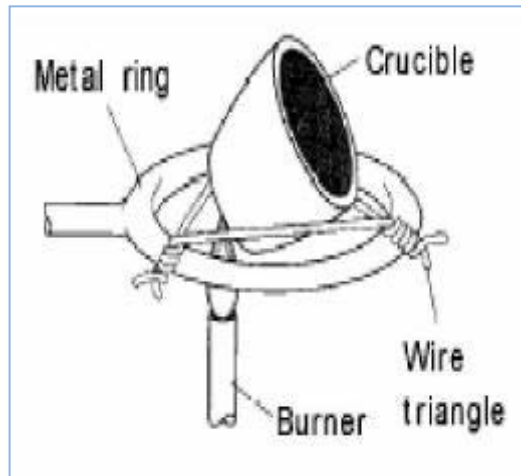
a. Penyiapan sampel

Penyiapan sampel pada analisis mineral baik dengan metode klasik atau konvensional maupun metode yang terbaru (instrumen) memerlukan penyiapan sampel sebelum dapat dilakukan analisis dalam metode-metode yang akan digunakan. Ada dua macam cara penyiapan sampel yaitu dengan pengabuan basah dan pengabuan kering.

Penyiapan sampel atau bahan yang sering dilakukan sebelum pengabuan adalah:

1. Sampel basah dan cairan biasanya dikeringkan lebih dahulu di dalam oven pengering. Pengeringan ini dapat pula dilakukan dengan menentukan kadar air sampel. Bahan yang mempunyai kadar air tinggi sebelum pengabuan harus dikeringkan terlebih dahulu. Pra-pengabuan dilakukan di atas api terbuka, terutama untuk sampel-sampel yang seluruh sampel mengering dan tidak mengasap lagi.
2. Bahan yang mempunyai kandungan zat yang mudah menguap dan berlemak banyak pengabuan dilakukan dengan suhu mula-mula rendah sampai asam hilang, baru kemudian dinaikkan suhunya sesuai dengan yang dikehendaki.
3. Bahan yang membentuk buih waktu dipanaskan harus dikeringkan dahulu dalam oven dan ditambahkan zat anti buih misalnya olive atau parafin.
4. Bahan berlemak banyak dan mudah menguap memiliki suhu mula-mula rendah, kemudian dinaikkan ke suhu pengabuan.

Sebelum pengabuan, biasanya sampel diarangkan terlebih dahulu diatas api bunsen sampai sampel menjadi arang, seperti pada gambar.... Setelah

perlakuan tersebut, baru sampel dimasukkan ke dalam tanur (*furnace*) (Andarwulan 2010).

Gambar 31. Pembakaran Sampel

Banyaknya bahan yang digunakan untuk analisis kadar abu diantaranya tercantum pada tabel.....

Tabel 8. Berat Bahan untuk Analisis Pengabuan

Macam bahan	Berat (gram)
Ikan & hasil olahan, biji-bijian, makanan ternak	2
Padi-padian, susu, keju	3-5
Gula, daging, sayuran	5-10
Jelly, sirup, jam, buah kalengan	10
Jus, buah segar	25
Anggur	50

Kegiatan : 4

Berkaitan dengan teknik analisis abu dan mineral , Anda ditugaskan mencari informasi melalui studi di perpustakaan, studi literatur di internet dan membaca buku lain/referensi. Untuk memudahkan Anda melalukan pengamatan, maka Anda diminta untuk mengikuti langkah-langkah berikut.

1) Baca modul uraian materi tentang teknik analisis kadar abu dan mineral
2) Coba gali informasi mengenai cara menentukan kadar abu dan mineral di perpustakaan atau di internet.
3) Buatlah diagram alir untuk melaporkan hasil pengamatan / pengkajian anda. Anda dapat pula melaporkan hasil pengamatan anda dari laboratorium atau balai penelitian lain yang mungkin ada di dekat sekolah atau dekat rumah secara tugas berkelompok.
4) Bandingkan diagram alir atau cara kerja penentuan kadar abu dan mineral dengan metode kering dan basah.

Lembar pengamatan :

No.	Tahapan	Cara kerja metode kering dan basah	Tahap yang sama	Tahap yang berbeda
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				

b. Mekanisme Mengabukan

Mekanisme pengabuan dimulai dari :

1) Krus porselin dioven selama 1 jam. Setelah dioven selama satu jam, krus tersebut segera didinginkan selama 30 menit, setelah itu dimasukkan ke dalam eksikator. Lalu timbang krus sampai konstan sebagai **berat a gram** (berat krus awal/kosong).
2) Bahan yang akan diabukan ditempatkan dalam krus yang dapat terbuat dari porselin, silika, kuarsa, nikel atau platina dengan berbagai kapasitas (25 – 100 mL). Pemilihan wadah ini disesuaikan dengan bahan yang akan diabukan.
   - Bahan yang bersifat asam misalnya buah-buahan disarankan menggunakan krus porselin yang bagian dalamnya dilapisi silika sebab bila tidak dilapisi akan terjadi pengikisan oleh zat asam tersebut. Wadah yang terbuat dari nikel tidak dianjurkan karena dapat berekasi dengan bahan membentuk nikel-karbonil bila produk banyak mengandung karbon. Penggunaan krus porselin

sangat luas, karena dapat mencapai berat konstan yang cepat dan murah tetapi mempunyai kelemahan sebab mudah pecah pada perubahan suhu yang mendadak. Penggunaan krus dari besi atau nikel umumnya untuk analisa abu dengan sampel dalam jumlah besar. Krus dari gelas *vycor* atau kuarsa juga dapat digunakan dan dapat dipanaskan sampai 900°C dan tahan terhadap asam dan beberapa bahan kimia umumnya kecuali basa.

- Bahan yang bersifat basa dapat menggunakan krus yang terbuat dari platina.

3) Timbang bahan/sampel sebanyak 3 gram di dalam krus dan catat sebagai **berat b gram**.
4) Kemudian dilakukan pengabuan dengan metode :

a. **Penentuan Kadar Abu secara Langsung (Cara Kering) :**

- Suhu pengabuan untuk tiap-tiap bahan dapat berbeda-beda tergantung komponen yang ada dalam bahan tersebut. Hal ini disebabkan adanya berbagai komponen abu yang mudah mengalami dekomposisi atau bahkan menguap pada suhu yang tinggi. Sebagai gambaran dapat diberikan berbagai sampel suhu pengabuan untuk berbagai bahan sebagai berikut :
  - Buah-buahan dan hasil olahannya, daging dan hasil olahannya, gula dan hasil olahannya serta sayuran dapat diabukan pada suhu 525°C.
  - Serealia dan hasil olahannya susu dan hasil olahannya, kecuali keju pengabuan pada suhu 550°C sudah cukup baik.
  - Ikan dan hasil olahannya serta bahan hasil laut, rempah-rempah, keju, anggur dapat menggunakan suhu pengabuan 500°C.

- Biji-bijian, makanan ternak dapat diabukan pada suhu 600^{o}C.

Pengabuan diatas 600^{o}C tidak dianjurkan karena menyebabkan hilangnya zat tertentu misalnya garam klorida ataupun oksida dari logam alkali.

Pengabuan dilakukan dengan muffle atau tanur yang dapat diatur suhunya, tetapi bila tidak tersedia dapat menggunakan pemanas bunsen. Hanya saja penggunaan Bunsen menyebabkan akan menyulitkan untuk mengetahui dan mengendalikan suhu. Hal ini dapat diganti dengan melakukan pengamatan secara visual yaitu bila bara merah sudah terlihat berarti suhu lebih kurang 550^{o}C (bila menggunakan krus porselin).

Hasil akhir proses pengabuan terlihat bahan hasil pengabuan berwarna putih abu-abu dengan bagian tengahnya terdapat noda hitam, ini menunjukkan pengabuan belum sempurna maka perlu diabukan lagi sampai noda hitam hilang dan diperoleh abu yang berwarna putih keabu-abuan. (Warna abu ini tidak selalu abu-abu atau putih tetapi ada juga yang berwarna kehijauan, kemerah-merahan).

Lama pengabuan tiap bahan berbeda-beda dan berkisar antara 2-8 jam.

- Pengabuan dianggap selesai apabila diperoleh sisa pengabuan yang umumnya berwarna putih abu-abu dan beratnya konstan dengan selang waktu pengabuan 30 menit.
- Penimbangan terhadap bahan dilakukan dalam keadaan dingin, untuk itu maka krus yang berisi abu yang diambil dari dalam muffle atau tanur harus lebih dahulu dimasukkan ke dalam oven bersuhu 105^{o}C agar supaya suhunya turun, baru kemudian dimasukkan ke dalam eksikator sampai dingin. Eksikator yang digunakan harus dilengkapi dengan zat penyerap uap air misalnya silika gel atau kapur aktif atau kalsium klorida, natrium hidroksida. Agar supaya eksikator

dapat mudah digeser tutupnya maka permukaan gelas diolesi dengan vaselin.

- Setelah itu dilakukan penimbangan, ulangi pengabuan sampai diperoleh berat konstan dan catat sebagai **berat c gram**.

Pengabuan sering memerlukan waktu cukup lama. Pengabuan dapat dipercepat dengan cara antara lain sebagai berikut :

- Mencampur bahan dengan pasir kuarsa murni sebelum pengabuan. Hal ini dimaksudkan untuk memperbesar luas permukaan dan mempertinggi porositas sampel sehingga kontak antara oksigen dengan sampel selama proses pengabuan akan diperbesar. Oksidasi zat-zat organik akan berjalan dengan lebih baik dan cepat sehingga waktu pengabuan dapat dipercepat. Perlu diingat bahwa pasir yang digunakan harus betul-betul bebas dari zat organik dan bebas abu, sehingga harus memijarkan pasir tersebut dan mencucinya dengan asam kuat, misalnya dengan asam sulfat pekat atau asam klorida pekat dan selanjutnya dibilas dengan alkohol, kemudian dikeringkan atau bila perlu dilakukan pemijaran sekali lagi. Bila menggunakan pasir maka harus diketahui beratnya pasir yang digunakan. Sisa pembakaran pengabuan dikurangi dengan berat pasir yang ditambahkan merupakan berat abu dari sampel yang dianalisis.
- Menambahkan campuran gliserol-alkohol ke dalam sampel sebelum diabukan. Pada waktu dipanaskan akan terbentuk suatu kerak yang berpori yang disebabkan karena gliserol-alkohol yang ditambahkan akan dioksidasikan dalam waktu yang sangat cepat pada suhu yang tinggi. Dengan demikian maka oksidasi bahan menjadi lebih cepat. Gliserol-alkohol tidak mempengaruhi kadar abu bahan tersebut.

- Menambahkan hidrogen peroksida pada sampel sebelum pengabuan dapat pula mepercepat proses pengabuan karena dapat membantu proses oksidasi bahan.

c. Penentuan Kadar Abu Secara Tidak Langsung (Cara Basah)

Pengabuan basah yaitu menggunakan bahan kimia HNO_3 pekat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah agar kehilangan mineral akibat penguapan dapat dihindari. Pada tahap selanjutnya proses berlangsung sangat cepat akibat pengaruh H_2SO_4 atau H_2O_2. Pada umumnya metode ini digunakan untuk menganalisis As, Cu, Pb, Sn dan Zn. Keuntungan pengabuan basah adalah: suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur.

Sebagaimana cara kering, setelah selesai pengabuan bahan kemudian diambil dari dalam muffle atau tanur lalu dimasukkan ke dalam oven bersuhu 105^{o}C sekitar 15 – 30 menit, selanjutnya dipindahkan ke dalam eksikator yang telah dilengkapi dengan bahan penyerap uap air. Di dalam eksikator sampai dingin kemudian dilakukan penimbangan. Pengabuan diulangi lagi sampai diperoleh berat abu yang konstan.

Penentuan kadar abu dengan pengabuan cara yang tidak langsung (cara basah) masih banyak dilakukan orang. Sebenarnya ada cara lain yang lebih tepat yaitu:

a) Cara konduktometri.

Meskipun cara konduktometri lebih teliti dan cepat dibandingkan cara pengabuan tetapi berhubung memerlukan persyaratan khusus dan alat yang lebih rumit maka belum banyak dilakukan. Penentuan mineral total cara konduktometri banyak digunakan dalam penentuan kadar abu dalam gula. Konduktometri berdasarkan atas prinsip bahwa larutan gula atau bahan/konstituen mineral mengalami dissosiasi

sedangkan sukrosa yang merupakan bahan non elektrolit tidak mengalami dissosiasi.

Konduktivitas larutan dapat digunakan sebagai indeks dari konsentrasi ion atau mineral atau kandungan abu dalam bahan. Makin besar konduktivitas larutan maka akan makin besar kadar abu bahan tersebut.

b) Penentuan abu yang tidak larut dalam asam

Penentuan abu yang tidak larut dalam asam dilakukan dengan mencampurkan abu dalam asam klorida 10 %. Setelah diaduk kemudian dipanaskan selanjutnya disaring dengan kertas whatman no. 42. Residu merupakan abu yang tidak larut dalam asam yang terdiri dari pasir dan silika. Apabila abu banyak mengandung abu jenis ini maka dapat diperkirakan proses pencucian bahan tidak sempurna ataupun terjadinya kontaminasi dari tanah selama proses pengolahan bahan tersebut.

c) Penentuan abu yang larut dalam air

Penentuan abu yang larut dalam air dilakukan dengan melarutkan abu ke dalam aquadest kemudian disaring. Filtrat kemudian dikeringkan dan ditimbang residunya. Abu yang larut dalam air ini kadang-kadang digunakan sebagai indeks kandungan buah dalam jelly dan buah-buahan yang diawetkan. Cara yang umum dalam penentuan abu yang larut adalah dengan mengabukan residu yang terdapat dalam kertas saring bebas abu pada perlakuan di atas. Abu yang larut dalam air adalah selisih berat abu mula-mula dengan berat abu yang ada dalam residu tersebut.

d) Alkalinitas abu

Alkalinitas abu sering pula dilakukan pengujian untuk mengetahui asal bahan yang dianalisa. Abu yang berasal dari buah-buahan dan sayur-

sayuran adalah bereaksi alkalis, sedangkan yang berasal dari daging dan hasil olahannya berekasi asam.

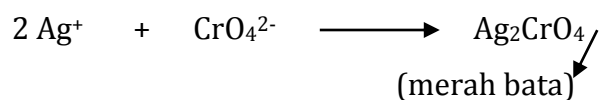
Penentuan individu mineral yang ada dalam abu dapat dilakukan dengan berbagai cara antara lain secara kimia dan secara spektrofotometri. Untuk cara yang pertama (cara kimia) merupakan metode gravimetri dengan cara evolusi tidak langsung yang memerlukan waktu yang cukup lama sedangkan cara kedua cukup cepat dan mempunyai ketelitian yang besar. Penentuan dengan spektrofotometer yang dikenal dengan spektrofotometer serapan atom (AAS).

Hasil pengabuan kering atau basah dapat digunakan sebagai contoh untuk analisis kadar mineral.

Beberapa mineral tersebut antara lain sebagai berikut.

(1) Analisis NaCl (metode Titrimetri)

Penetapan kandungan NaCl dalam bahan pangan dapat ditentukan dengan metode modifikasi Mohr. Cara Mohr digunakan untuk penetapan kadar klorida dan bromida (mineral Cl- dan Br-). Sebagai indikator digunakan larutan kalium kromat, dimana pada titik akhir titrasi terjadi reaksi :

$$2\,Ag^{+} + CrO_4^{2-} \longrightarrow Ag_2CrO_4 \downarrow \text{ (merah bata)}$$

Suasana larutan harus netral, yaitu sekitar 6,5 – 10. Bila pH >10 akan terbentuk endapan AgOH yang akan terurai menjadi Ag_2O, sedangkan apabila pH<6,5 (asam), ion kromat akan bereaksi dengan H+ menjadi $Cr_2O_7^{2-}$ dengan persamaan reaksi :

$$2\,CrO_4^{2-} + 2H^{+} \longrightarrow 2\,HCrO_4^{-} \longrightarrow Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

Penurunan konsentrasi CrO_4^{2-} menyebabkan diperlukannya penambahan $AgNO_3$ yang lebih banyak untuk membentuk endapan Ag_2CrO_4, sehingga kesalahan titrasi makin besar. Ion perak tidak dapat dititrasi langsung dengan klorida dengan memakai indikator CrO_4^{2-} karena Ag_2CrO_4 pada dekat titik ekuivalen sangat sukar berdisosiasi (sangat lambat), maka sebaiknya dilakukan dengan cara penambahan klorida berlebih dan kelebihan klorida dititrasi dengan $AgNO_3$ dengan menggunakan indikator kromat.

Kegiatan : 5

- Setelah mempelajari materi tentang analisis kadar abu dan mineral, Anda ditugasi untuk melakukan penetapan kadar abu dan mineral dengan berbagai metode sesuai dengan alat dan bahan yang tersedia di laboratorium sekolah Anda.
- Gunakan APD yang diperlukan selama praktikum
- Buatlah kelompok untuk melakukan praktikum sesuai dengan lembar kerja.
- Catat data hasil pengamatannya, kemudian setelah diolah datanya diskusikan dengan teman kelompok,
- Presentasikan di depan kelas untuk setiap kolompok hasil pengamatannya.
- Buatlah pertanyaan yang belum dipahami! dan buatlah kesimpulan dari hasil diskus.
- Buatlah laporan dan dikumpulkan kepada guru anda.

- **Lembar Kerja 1 : Titrasi Pengendapan Metode Mohr untuk menentukan Kadar Klolida (Cl)**

1. Prinsip : Klorida dititrasi dengan larutan baku Perak nitrat ($AgNO_3$) dengan indicator kalium kromat (K_2CrO_4) membentuk endapan merah bata
2. Alat dan Bahan :

Alat:

a. Neraca analitik
b. Labu ukur 100 ml
c. Corong gelas
d. Pipet volum 25 ml
e. Ball filler pipet
f. Gelas piala
g. Buret
h. Oven
i. Erlenmeyer

Bahan:

a. Aquades
b. Larutan NaCl 0,03 N
c. Larutan $AgNO_3$ 0,03 N
d. Indikator Kalium Kromat

3. Langkah kerja:

   a. Pembuatan Larutan Natrium Klorida (NaCl) 0,01 N (Larutan Standar primer)

   Lebih kurang 3 gram NaCl dikeringkan dahulu di dalam oven pada temperatur 500 – 600 ^oC, kemudian disimpan di dalam desikator. Setelah dingin baru ditimbang dengan teliti 0,585 gram dan dilarutkan dalam air suling sampai tepat tanda batas pada labu ukur 1 liter.

   b. Pembuatan Larutan Perak Nitrat (AgNO3) 0,01 N

Lebih kurang 10,2 gram $AgNO_3$ dilarutkan dalam aquades sampai volume 2 liter.

c. Pembuatan Indikator Kalium Kromat

Larutan 5% (b/v) kalium kromat dalam aquades

d. Standarisasi $AgNO_3$ menurut cara Mohr

Pipet 25 ml larutan standar NaCl 0,01 N,masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ (dikocok kuat-kuat, terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata.

e. Penentuan kadar sampel

Pipet 25 ml sampel masukkan ke dalam Erlenmeyer 25 ml, tambahkan 1 ml indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ (dikocok kuat-kuat, terutama menjelang titik akhir titrasi), sampai terbentuk endapan merah bata.

- **Lembar Kerja 2 : Penentuan Kadar Besi dari Feroamonium sulfat**

Metode : Pengendapan

Prinsip : Mengendapkan besi dalam sampel dengan bahan pengendap HNO_3

Alat :

- Neraca analitis
- Kaca arloji
- Beaker glass 500 mL
- Gelas ukur 50 mL
- Spatula
- Hot plate
- Batang pengaduk
- Botol semprot
- Cawan porselen
- Lampu spirtus
- Oven
- Tanur desikator
- Krustang

Bahan :

- Feroamonium sulfat heksahidrat
- HNO_3
- HCl
- Larutan ammonia
- $AgNO_3$

Langkah Kerja :

1) Timbang dengan teliti ± 1,5 gram feroamonium sulfat heksahidrat, masukan ke dalam beaker glass 500 mL
2) Tambahkan 40 – 50 mL aquadest dan 10 mL HCL (1 : 1) dan larutan dididihkan
3) Tambahkan tetes demi tetes HNO_3 (1 : 9) sambil diaduk
4) Didihkan perlahan selama 3 – 5 menit sampai terbentuk larutan berwarna kuning
5) Periksa apakah semua ion Fe^{2+} berubah menjadi ion Fe^{3+}
6) Setelah semua ion Fe^{2+} berubah menjadi ion Fe^{3+} encerkan larutan dengan aquadest hingga volume ± 200 mL lalu panaskan hingga hampir mendidih
7) Tambahkan larutan ammonia (1:1) sediki demi sedikit sambil terus diaduk sampai sedikit bau ammonia berlebih
8) Pindahkan beaker glass tersebut dari pemanas dan biarkan endapannya turun
9) Dekantasi cairan atas larutan melalui kertas saring bebas abu
10) Cuci endapan dengan cara dekantasi sebanyak 3 – 4 kali dengan masing-masing 75 – 100 mL air panas
11) Pindakan endapan ke kertas saring secara kuantitatif dan bilas endapan dengan aquadest
12) Endapan di kertas saring cuci dengan air panas samapai air cucian tidak memberikan reaksi lagi terhadap perak nitart

13) Keringkan endapan pada temperature 100 - 105°C lalu lipat dengan hati-hati dan pindahkan ke dalam cawan porselen yang sudah diketahui beratnya
14) Panaskan cawan porselen dengan nyala kecil sampai kertas menjadi arang
15) Pijarkan endapan dalam tanur 550°C sampai menjadi abu
16) Dinginkan dalam desikator lalu timbang
17) Ulangi hingga berat konstan
18) Hitung persentase besi dari berat Fe_2O_3 yang diperoleh dan hitung pula persentase feroamonium sulfat heksahidrat

g. Pengunaan rumus dan perhitungan pada analisis abu dan mineral

Perhitungan pada analisis kadar abu pengabuan kering adalah sebagai berikut.

a. Kadar abu dalam basis basah (bb)

$$\text{Kadar abu (g/100 g bahan basah)} = \frac{(W1\text{-}W2)}{W} \times 100$$

dimana:

W = berat contoh sebelum diabukan (g)
W1 = berat contoh + cawan sesudah diabukan (g)
W2 = berat cawan kosong (g)

b. Kadar air dalam basis kering (bk)

$$\text{Kadar abu (g/100 g bahan kering)} = \frac{\text{(kadar abu (bb)}}{\text{(100-kadar air (bb)}} \times 100$$

Selanjutnya dilakukan penghitungan nilai rata-rata ulangan dan standar deviasi data analisis.

- **Lembar Kerja 3 : Analisis Kadar Abu Total**

Metode : SNI 01 – 2891 – 1992 butir 6.1, Cara uji makanan dan minuman

Prinsip : Pada proses pengabuan zat-zat organik diuraikan menjadi air dan CO_2, tetapi bahan anorganik tidak

Alat dan Bahan :

Alat :

- Neraca analitik
- Cawan porselen
- Spatula
- Kawat kasa
- Kaki tiga
- Lampu spirtus
- Krus tang
- Muffle/tanur
- Eksikator

Bahan :

- Sample

Prosedur :

1. Timbang dengan seksama 2 – 3 g sampel ke dalam sebuah cawan porselen (atau platina) yang telah diketahui bobotnya. Untuk sampel cairan, uapkan terlebih dahulu di atas penangas air sampai kering.
2. Arangkan di atas nyala pembakar, lalu abukan dalam tanur listrik pada suhu maksimum 550^oC sampai pengabuan sempurna (sekali-kali pintu tanur dibuka sedikit, agar oksigen bisa masuk).
3. Dinginkan dalam eksikator, lalu timbang sampai bobot tetap.
4. Data hasil analisis ditulis dalam tabel pengamatan

Perhitungan :

$$\% \text{ Abu} = \frac{w_1 - w_2}{w} \times 100\ \%$$

w = bobot sampel sebelum diabukan (gram)
w_1 = bobot sampel + cawan sesudah diabukan (gram)
w2 = bobot cawan kosong (gram)

Tabel Pengamatan

Kode	W	W_1	W_2	% Abu	Rata-rata

- **Lembar Kerja 4 : Analisis Kadar Abu Sulfat**

Metode : SNI 01 – 2891 – 1992 butir 6.2, Cara uji makanan dan minuman

Prinsip : Pengukuran abu yang diendapkan sebagai sulfat

Alat dan Bahan :

Alat :

- Neraca analitik
- Cawan porselen
- Spatula
- Kawat kasa
- Kaki tiga
- Lampu spirtus
- Krus tang
- Muffle/tanur
- Eksikator
- Pipet tetes

Bahan :

- Sampel
- H_2SO_4 pekat

Langkah Kerja:

1. Timbang dengan seksama 2 – 3 g sampel ke dalam sebuah cawan porselen (atau platina) yang telah diketahui bobotnya.
2. Arangkan di atas nyala pembakar, lalu abukan dalam tanur listrik pada suhu maksimum 550°C sampai pengabuan sempurna (sekali-kali pintu tanur dibuka sedikit, agar oksigen bisa masuk).
3. Dinginkan lalu tambahkan 1 – 2 tetes H_2SO_4 pekat
    a. Uapkan dalam ruang asam sampai gas SO_2 hilang
    b. Pijarkan kembali dalam tanur
    c. Dinginkan dalam eksikator, lalu timbang sampai bobot tetap.

Perhitungan :

$$\% \text{ Abu} = \frac{w_1}{w} \times 100\,\%$$

w_1 = bobot abu sulfat (gram)
w = bobot sampel (gram)

Tabel Pengamatan

Kode	W_1	W	% Abu	Rata-rata

- **Lembar Kerja 5 : Analisis Kadar Abu yang Tidak Larut dalam Asam**

Metode : SNI 01 – 2891 – 1992 butir 6.3, Cara uji makanan dan minuman

Prinsip : Bagian abu yang tidak larut dalam asam

Alat dan Bahan :

Alat :

- Neraca analitik
- Cawan porselen
- Spatula
- Kawat kasa
- Kaki tiga
- Lampu spirtus
- Krus tang
- Muffle/tanur
- Eksikator
- Pipet tetes
- Corong saring

Bahan:

- Sampel
- Kertas saring bebas abu
- HCl 10%
- $AgNO_3$

Langkah Kerja:

a. Larutkan abu bekas penentuan kadar abu dengan penambahan 25 mL HCl 10%
b. Didihkan selama 5 menit.
c. Saring larutan dengan menggunakan kertas saring bebas abu dan cuci dengan aquadest sampai bebas klorida
d. Kerigkan kertas saring dalam oven
e. Masukan ke dalam cawan porselen (platina) yang telah diketahui bobotnya dan abukan
f. Dinginkan dalam eksikator, lalu timbang sampai bobot tetap.

Perhitungan :

$$\% \text{ Abu} = \frac{w_1 - w_2}{w} \times 100\ \%$$

w = bobot sampel sebelum diabukan (gram)
w_1 = bobot sampel + cawan sesudah diabukan (gram)
w_2 = bobot cawan kosong (gram)

Tabel Pengamatan

Kode	W	W_1	W_2	% Abu	Rata-rata

3. Refleksi

PETUNJUK :

1. Tuliskan nama dan KD yang telah anda selesaikan pada lembar tersendiri
2. Tuliskan jawaban pada pertanyaan pada lembar refleksi!
3. Kumpulkan hasil refleksi pada guru anda

1. Bagaimana kesan anda setelah mengikuti pembelajaran ini?
   ....
   ....
   ....
2. Apakah anda telah menguasai seluruh materi pembelajaran ini? Jika ada materi yang belum dikuasai tulis materi apa saja.
   ....
   ....
   ....
3. Manfaat apa yang anda peroleh setelah menyelesaikan pelajaran ini?
   ....
   ....
   ....
4. Apa yang akan anda lakukan setelah menyelesaikan pelajaran ini?
   ....
   ....
   ....

5. Tuliskan secara ringkas apa yang telah anda pelajari pada kegiatan pembelajaran ini!

   ....

   ....

   ....

4. Tugas

1. Bandingkan data hasil pengamatan dari praktikum kelompok anda dengan data hasil pengamatan kelompok yang lain! Catat persamaan dan perbedaanya. Jika data hasil pengamatan dikomunikasikan kepada orang lain, apakah orang lain tersebut memperoleh pemahaman yang sama?dan tanyakan kepada guru atau teman kelompok anda yang belum dipahami!
2. Diskusikan dengan teman kelompok anda!
3. Semua data yang telah diperoleh dari hasil praktikum, presentasikan masing-masing kelompok di depan kelas.
4. Tahap akhir yang perlu Anda lakukan adalah membuat kesimpulan dari data-data yang telah diperoleh dari hasil praktikum, lalu menarik suatu hubungan antara data-data tersebut kemudian mencocokkan dengan data-data yang relevan *(verifikasi)* atau bandingkan data hasil perhitungannya dengan data standar.
5. Buatlah laporan yang berkaitan dengan hasil praktikum penetapan kadar abu dan mineral dari beberapa sampel dengan menggunakan beberapa metode.

5. Tes Formatif

1. Jelaskan beberapa manfaat dari pengujian kadar abu!
2. jelaskan jenis penentuan kadar abu dan jelaskan prinsipnya masing-masing!
3. Mengapa dalam penentuan kadar abu harus dilakukan tahap pengarangan!
4. Bandingkan perbedaan analisis kadar abu cara kering dan cara basah!
5. Jelaskan kelebihan dan kelemahan dari analisis kadar abu cara tidak langsung!

~~C.~~ PENILAIAN

1. Sikap

Skala penilaian sikap dibuat dengan rentang antara 1 s.d 4.

1 = BT (belum tampak) *jika* sama sekali tidak menunjukkan usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas

2 = MT (mulai tampak) *jika* menunjukkan sudah ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas tetapi masih sedikit dan belum ajeg/konsisten

3 = MB (mulai berkembang) *jika* menunjukkan ada usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas yang cukup sering dan mulai ajeg/konsisten

4 = MK (membudaya) *jika* menunjukkan adanya usaha sungguh-sungguh dalam menyelesaikan tugas secara terus-menerus dan ajeg/konsisten

No.	Sikap	Religius				Disiplin				Tanggug jawab				Peduli				Responsif				Teliti				Jujur				Santun			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Mengamati																																
2	Menanya																																
3	Mengeksplorasi																																
4	Mengasosiasikan																																
5	Mengkomunikasikan																																

2. Pengetahuan

1. Metode pengabuan dengan cara kering (cara langsung) banyak digunakan untuk analisis kadar abu dan mineral suatu bahan. Jelaskan kelebihan dan kelemahan metode tersebut!
2. Pengabuan cara basah dilakukan dengan mendestruksi komponen-komponen organik (C, H, dan O) dengan bahan oksidator. Jelaskan oksidator apa yang sering digunakan!
3. Jelaskan tahapan pengabuan cara basah (tidak langsung) dan apa kelebihannya!
4. Jelaskan fungsi penambahan asam sulfat atau asam nitrat dalam penentuan kadar abu!

3. Keterampilan

NO	ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
		1	2	3
1.	Menyiapkan alat untuk praktikum			
2.	Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum			
3.	Melaksanakan metode analisis sesuai setandar			
4.	Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa			
5.	Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur			
6.	Melakukan pengamatan saat praktikum berlangsung			
7.	Melakukan pencatatan data			

NO	ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
		1	2	3
8.	Menghitung/mengolah data hasil pengamatan			
9.	Membuat laporan hasil praktum			
10.	Membersihkan lingkungan praktikum			

Rubrik :

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
Menyiapkan alat untuk praktikum	Alat tidak disiapkan	Alat disiapkan tidak sesuai dengan diperlukan	Alat disiapkan sesuai dengan yang diperlukan
Menggunakan bahan sesuai dengan yang dibutuhkan dalam praktikum	Bahan yang digunakan tidak lengkap	Bahan yang digunakan lengkap tapi ada yang tidak dibutuhkan	Bahan yang digunakan lengkap dan sesuai dengan yang dibutuhkan
Memilih metode analisis sesuai standar	Pemilihan metode analisis tidak sesuai dengan jenis bahan dan tidak sesuai standar yang ditentukan	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan tidak sesuai standar yang ditentukan	Pemilihan metode analisis sesuai jenis bahan dan standar yang ditentukan
Melakukan persiapan pendahuluan pada bahan/sampel yang akan dianalisa	Tidak melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis belum optimal	Melakukan persiapan pendahuluan terhadap bahan/sampel yang akan dianalisis dengan optimal
Melaksanakan langkah kerja sesuai prosedur	Langkah kerja tidak sesuai prosedur	Sebagian langkah kerja ada yang salah	Semua langkah kerja benar dan sesuai prosesur
Melakukan	Pengamtan tidak	Pengamatan	Pengamatan cermat

ASPEK YANG DINILAI	PENILAIAN		
	1	2	3
pengamatan saat praktikum berlangsung	cermat	cermat, tetapi mengandung interpretasi	dan bebas interpretasi
Melakukan pencatatan data pengamatan	Data pengamatan tidak dicatat	Data pengamatan dicatat tetapi ada kesalahan	Data pengamtan dicatat dengan lengkap
Menghitung/ mengolah data hasil pengamatan	Perhitungan data hasil pengamatan salah	Perhitungan data hasil pengamatan benar tetapi tidak sesuai dengan rumus	Perhitungan data hasil pengamatan benar dan lengkap sesuai rumus
Membuat laporan hasil praktikum	Laporan hasil praktikum tidak dibuat	Laporan hasil praktikum rapi dan tidak lengkap	Laporan hasil praktikum rapi dan lengkap
Membersihkan lingkungan tempat praktikum	Lingkungan tempat praktikum tidak dibersihkan	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan dan tidak rapi	Lingkungan tempat praktikum dibersihkan dengan rapi.

III. PENUTUP

Setelah kita memepelajari dan membahas materi pengambilan sampel, analisis kadar air dan analisis abu dan mineral dalam buku teks kimia analitik terapan semester 1, maka dapat diambil berbagai simpulan sebagai acuan untuk mendalami materi pada jenjang/kelas yang lebih tinggi dan mempelajari bahasan berikutnya. Beberapa simpulan disajikan sebagai berikut:

1. Pengambilan sampel atau penarikan sampel adalah mengambil sejumlah atau sebagian bahan atau barang yang dilakukan dengan menggunakan metode tertentu sehingga bagian barang atau bahan yang diambil bersifat mewakili (*representatif*) keseluruhan barang atau bahan.
2. Kadar air merupakan banyaknya air yang terkandung dalam bahan yang dinyatakan dalam persen dan pentuannya dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu metode pengeringan (dengan oven biasa), metode destilasi, metode kimia, dan metode khusus.
3. Kadar abu merupakan campuran dari komponen anorganik atau mineral yang terdapat pada suatu bahan pangan. Bahan pangan terdiri dari 96% bahan anorganik dan air, sedangkan sisanya merupakan unsur-unsur mineral. Kadar abu tersebut dapat menunjukan total mineral dalam suatu bahan, dimana bahan-bahan organik dalam proses pembakaran/pengabuan akan terbakar tetapi komponen anorganiknya tidak, karena itulah disebut sebagai kadar abu.

Kita telah menemukan berbagai konsep dan teknik yang berlaku pada pengambilan sampling, analisis kadar air, analisis kadar abu dan mineral. Demikian juga, kita telah terapkan dalam berbagai pemecahan masalah nyata. Selanjutnya akan kita bahas tentang analisis kadar karbohidrat, protein dan lemak yang terkandung dalam sampel/bahan. Penguasaan anda pada materi setiap bahasan akan bermanfaat untuk mendalami materi selanjutnya.

DAFTAR PUSTAKA

-----, SNI 01 – 2891 – 1992 butir 5.1, *Cara uji makanan dan minuman*

-----, SNI 01 – 2891 – 1992 butir 5.1, *Cara uji makanan dan minuman*

Anonim. (2010). *Alat-alat laboratorium kimia*. Diambil pada tanggal 9 Nopember2013 dari http://prkita.wordpress.com/2010/12/09/alat-alat-laboratoriumkimia/. Dan http://irfhalaboratorium.indonetwork.co.id/

Andarwulan, Nuri, Feri Kusnandar & Dian Herawati. 2010. *Analisis Pangan*. Jakarta : Dian Rakyat

Association of Official Analytical Chemist (AOAC). 2005. *Official Methods of Analysis, AOAC Arlington*

Anonim 1992. *Pedoman Untuk Pengambilan Sampel*. Program Keamanan Makanan. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan Direktorat Pengawasan Makanan dan Minuman. Departemen Kesehatan Rebublik Indonesia WHO Jakarta

Anonim 1989. *Pedoman Untuk Pengambilan Sampel*. Program Keamanan Makanan. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan Direktorat Pengawasan Makanan dan Minuman. Departemen Kesehatan Rebublik Indonesia WHO Jakarta

Anonim. 2010. *Air*. Diakses tanggal 26 Oktober 2013, jam 09.00 WIB. http://id.wikipedia.org/wiki/Air

Adam Wiryawan, Rurini Retnowati, Akhmad Sabarudin 2007, *Kimia analitik untuk SMK,* Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan**,** Direktorat Jenderal Manajemen Pendidikan Dasar dan Menengah, Departemen Pendidikan Nasional.

Day, R. A., Underwood, A.L. (1994). *Quantitative Analysis.* Penerjemah Drs. R. Soendoro. *Kimia Analisa Kuantitatif.* Edisi keempat. Cetakan kelima. Penerbit Erlangga. Jakarta.

deMan, John M, 1997, *Kimia Makanan,* Penerbit ITB, Bandung

Direktorat Pendidikan Menengah Kejuruan. 1982. *Petunjuk Praktek Pengawasan Mutu Hasil Pertanian*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Jakarta

Edelman. J. Chapman. J.M. *Basic Biochemistry*

Fardiaz, Srikandi, FG. Winarno, dan Dedi Fardiaz. 1980. *Pengantar Teknologi Pangan.* Jakarta : Gramedia.

FAO/WHO *Codex alimentarius sampling plans for prepacked foods* (AOQL 6.5) CAC/RM42

Girindra Aisjah. 1993. *Biokimia* 1. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta

Guenther E. 1987*. Minyak Atsiri Jilid 1*. Terjemahan: S. Keteren. Jakarta: UI Pr.

Girindra Aisjah. 1993. *Biokimia* 1. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta

http://muspirahdjalal.blogspot.com/2011/11/metode-penentuan-kadar-air.html, tgl 31 Oktober 2013.

http://laludanu99.blogspot.com/2012/03/v-behaviorurldefaultvmlo.html, tgl 31 Oktober 2013

Koswara S., 2003. Teknik Pengambilan Sampel Benda Uji. Materi pelatihan Teknik Pengambilan Sampel, MBRIO Bogor 24-28 Maret 2003.

Standar Nasional Indonesia (SNI) 0428-1998. Petunjuk Pengambilan Sampel Padatan

Sudarmadji Slamet, dkk, 1997, *Prosedur untuk Bahan Makanan Dan Pertanian*, Liberty. Yogyakarta.

Sudarmadji, Slamet, Suhardi dan Bambang Haryono. 1989. *Analisis Bahan Pangan dan Pertanian.* Yogyakarta : Liberti Yogyakarta

W. Harjadi. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT. Gramedia. 1990. Jakarta

Winarno, F.G, 1986, *Kimia Pangan dan Gizi.* PT Gramedia. Jakarta

Yazid Estien. Lisda Nursanti. 2006. *Penuntun Praktikum Biokimia untuk Mahasiswa* Analis. Andi Yogyakarta

Sudarmadji, Slamet. Haryono, bambang dan Suhardi. 2003. *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*. Penerbit Liberty Yogyakarta bekerja sama dengan pusat antar universitas pangan dan gizi universitas gadjah mada. Yogyakarta

Slamet, S., Bambang, H., & Suhardi. (1989). *Analisa bahan makanan dan pertanian edisi pertama.* Yogyakarta : Liberty Yogyakarta.

Sirajuddin, Saifuddin. 2011. *Pedoman Praktikum Analisis Bahan Makanan*. Universitas Hasanuddin: Makassar.

Winarno, F. G. 2004*. Kimia Pangan Dan Giz*i. Penerbit PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.

W. Harjadi. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT. Gramedia. 1990. Jakarta

Winarno, F.G, 1986, *Kimia Pangan dan Gizi.* PT Gramedia. Jakarta

Zainal, Arifin. (2008). *Beberapa unsur mineral esensial mikro dalam sistem biologi dan metode analisisnya*. Jurnal Litbang Pertanian, 27(3),104.